



UNIVERSIDAD
NACIONAL
DE COLOMBIA

Fabricación de acero M2 por vías pulvimetalúrgicas: Modelado computacional y experimental del crecimiento de tamaño de grano en la etapa de sinterización.

Yulieth Fernanda Gutiérrez León

Universidad Nacional de Colombia
Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Mecánica y Mecatrónica
Bogotá, Colombia

2019

Fabricación de acero M2 por vías pulvimetalúrgicas: Modelado computacional y experimental del crecimiento de tamaño de grano en la etapa de sinterización.

Yulieth Fernanda Gutiérrez León

Tesis de maestría presentada como requisito parcial para optar al título de:

Magister en Materiales y Procesos

Director (a):

Ph.D., Liz Karen Herrera Quintero

Codirector (a):

Ph.D., Carlos Alberto Narváez Tovar

Línea de Investigación:

Pulvimetalurgia

Grupo de Investigación:

Análisis de fallas, integridad y superficies - AFIS

Universidad Nacional de Colombia

Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería Mecánica y Mecatrónica

Bogotá, Colombia

2019

Me enseñaron que el camino del progreso no es ni rápido ni fácil.

Marie Curie

Una vez más le dedico este trabajo a mi hermano, como motor de que lo que se propone se logra, que habrá momentos difíciles mas no imposibles. Y a mis padres, ellos saben el esfuerzo que significó para mí el alcance de este objetivo en mi vida.

Agradecimientos

El camino se hace al andar y durante este camino que es un paso más para lograr mi meta como investigadora, fui afortunada al conocer personas que aportaron significativamente en mi formación como magister. Sé que sin el apoyo de ellas no se hubiese logrado culminar de la manera que se deja plasmado en este documento mi tesis de maestría. En primera instancia está la profesora Liz Karen Herrera como directora y el profesor Carlos Alberto Narváez como co-director siendo los principales formadores y es por esto que sinceramente les agradezco su orientación antes y durante la realización del proyecto, su exigencia y rigurosidad en los momentos difíciles, sus conocimientos que no solo fueron compartidos, sino que también fueron apropiados y su apoyo incondicional a lo largo del camino.

En segunda instancia agradezco al ingeniero Andrés Fernando Gil Plazas, instructor del centro de aprendizaje del SENA del área de Materiales y Ensayos; por los conocimientos compartidos, el apoyo durante la ejecución de actividades experimentales y aportes de comunicación de ideas en la preparación de ponencias. De igual manera a Theylor Amaya estudiante de Ingeniería Mecánica de la Universidad Nacional de Colombia que también me apoyó durante la ejecución de prácticas experimentales. Así mismo, le agradezco a Ms. Julián David Rubiano encargado del Laboratorio de Fundición y Pulvimetalurgia de la Universidad Nacional de Colombia por sus aportes de comunicación de ideas durante la preparación de ponencias e igualmente su acompañamiento durante los ensayos experimentales.

Y quiero terminar agradeciendo a dos docentes más, a la profesora Irma Angarita Moncaleano y al profesor Edgar Espejo Mora que durante sus clases logré ampliar mis conocimientos de los materiales y aumentar mi fascinación, siendo consiente que un proyecto es muy poco para poder comprender toda la inmensidad que implica el mundo

de los materiales. A las demás personas con que tuve la oportunidad de dialogar les agradezco el simple hecho de intercambiar conocimiento.

El presente trabajo fue posible gracias a la alianza existente entre la Universidad Nacional de Colombia sede Bogotá, y el Servicio Nacional de Aprendizaje SENA del Centro de Materiales y Ensayos. Este trabajo ha sido financiado con recursos del Patrimonio autónomo fondo nacional de financiamiento para ciencia, tecnología y la innovación, Francisco José de Caldas bajo el proyecto PULFAB con contrato de recuperación de contingente FP44842-091-2016.

Resumen

Los aceros para herramientas tipo M se caracterizan por ser materiales duros y resistentes al desgaste por lo que es necesario controlar el crecimiento de grano, especialmente cuando se obtiene por vía pulvimetalúrgica mediante el sinterizado en fase líquida super-solidus. Es por esto que en esta tesis de maestría se genera la implementación del proceso de fabricación del acero para herramientas tipo M a partir de polvos pre-aleados por vía pulvimetalúrgica. Dentro de este trabajo se estudian las condiciones de fabricación y la influencia de las atmósferas en el proceso de sinterización por vías pulvimetalúrgicas convencionales; adicionalmente se valida la solución de la ecuación diferencial ordinaria del modelo matemático planteado por Park et al [1], del crecimiento de grano mediante comparación con datos experimentales.

En el primer y segundo capítulo se presenta lo referente al diseño experimental además de las pruebas piloto de fabricación del acero pulvimetalúrgico tipo M y caracterización de su comportamiento microestructural y tribológico en función de los parámetros de proceso. El diseño de experimentos se realizó mediante el diseño factorial 2^k cuyos factores de análisis corresponden a los parámetros de fabricación mencionados para el sinterizado en fase líquida, cuya superficie de respuesta fue la dureza y resistencia a la flexión transversal.

Mediante el análisis de varianza y regresión lineal se estableció que con una presión de compactación de 750 MPa y temperatura de sinterizado de 1300 °C se obtienen valores de dureza más altos, correspondientes a 454 HV bajo atmósfera de vacío y argón. Mientras que para resistencia a flexión se tienen valores de 1456.90 MPa bajo atmósfera de vacío y 1148.34 MPa bajo atmósfera de argón. En cuanto a la microestructura bajo la atmósfera de argón se obtuvieron valores bajos de porosidad (13.13 %) que corresponden a una densidad de sinterizado de 6.98 g/cm³, homogeneidad en la microestructura y poca descarburación, diferente a la microestructura obtenida por el sinterizado bajo atmósfera de vacío pues hay una evidente descarburación y no homogeneidad de la microestructura.

Al no encontrar diferencias significativas de los efectos en las superficies de respuestas bajo las dos atmósferas control, como también no alcanzar valores de densificación total debido a la presencia de porosidad y obtener una microestructura no deseada se incluye una tercera atmósfera control de 75 % H₂ y 25 % de N₂ bajo las condiciones de fabricación que mejores propiedades mecánicas ofrecía, siendo una presión de compactación de 750 MPa para luego llevar a temperatura de sinterizado de 1375 °C garantizando la presencia de la fase líquida. Obteniendo entonces una densidad de sinterizado de 7.1 g/cm³, una microestructura de matriz martensítica homogénea con distribución de carburos, una dureza de 594.36 HV, una resistencia a la flexión de 1416.91 MPa y resistencia al desgaste media en comparación con las dos atmósferas usadas inicialmente.

Se modeló el crecimiento del tamaño de grano con el modelo matemático planteado por S. J. Park [1] en el que, a partir de la ley de Arrhenius, se expresa la velocidad del crecimiento de grano a medida que incrementa la temperatura y que su evolución microestructural está en función del tiempo, y su solución se obtuvo usando la herramienta ODE45 del software MATLAB. La obtención de los parámetros del modelo matemático se realizó a partir de la curva experimental de sinterizado, desde los 900 °C con un tamaño de grano de 2.42 μm, teniendo entonces que la energía de activación es de 266.91 kJ/mol, el factor pre-exponencial de 3x10¹⁰ μm³/s, y un tamaño de grano final de 75.5 μm a 1375 °C transcurridos 60 minutos.

Para culminar el proceso de fabricación del acero se realizaron tratamientos térmicos de temple, revenido y recocido por globulización por 48 horas al acero fabricado por vía pulvimetalúrgica, mejorando los valores de dureza a 812 HV, 813 HV y 742 HV respectivamente. Así mismo, se favoreció la microestructura con el último tratamiento térmico al lograr la disolución de los carburos segregados en el límite de grano hacia la matriz de martensita fina.

Palabras clave: presión de compactación, temperatura de sinterizado, atmósfera control, sinterizado en fase líquida, difusión en borde de grano, factor pre-exponencial, energía de activación y recocido por globulización.

Abstract

M tool steels are hard and wear-resistant materials, so it is necessary to control the grain growth, mainly when it is obtained by powder metallurgy of super-solid liquid phase sintering (SLPS). For this reason, this master's thesis generates the implementation of the steel fabrication process for type M tools from powders pre-alloyed by powder metallurgy. Within this work the manufacturing conditions and the influence of the atmosphere on the sintering process by conventional powder metallurgy were studied. In addition to the validation of the numerical solution of a mathematical model by comparison with experimental data.

For the implementation of the steel manufacturing process for M-type tool powders pre-alloyed by powder metallurgy, it was necessary first to identify the conditions of this technique that correspond to the compaction pressure, sintering temperature, and atmosphere control. For this reason, the design of factorial 2^k experiments was carried out. The analysis factors correspond to the mentioned manufacturing parameters for sintering in the liquid phase, i.e. compaction pressure and sintering temperature. The response surface of these parameters was hardness and resistance to bending.

Through the analysis of variance and linear regression, it was established that a compaction pressure of 750 MPa and sintering temperature of 1300 °C obtained the highest hardness values, corresponding to 454 HV under vacuum and argon atmosphere. Meanwhile, the values of bending resistance are 1456.90 MPa under vacuum atmosphere and 1148.34 MPa under argon atmosphere. The microstructure under an argon atmosphere obtained low porosity values (13.13 %), which correspond to a sintering density of 6.98 g/cm³, homogeneity in the microstructure, and little decarburization. These results are different from the microstructure obtained by sintering under vacuum controlled atmosphere because there are evident decarburization and inhomogeneity of the microstructure.

There are no significant differences in the effects on the response surface under the two control atmospheres, and the samples do not reach the total densification values, due to the presence of porosity, thus obtaining an undesired microstructure. In consequence, a third control atmosphere of 75 % H₂ and 25 % N₂ is included under the manufacturing conditions that offer the best mechanical properties, i.e. compaction pressure of 750 MPa and then sintering temperature of 1375 °C, guaranteeing the presence of the liquid phase. Results of this last atmosphere achieved a sintering density of 7.1 g/cm³, a homogeneous martensitic matrix microstructure with homogeneous carbide distribution, a hardness of 594 HV, a flexural strength of 1416.91 MPa and the best wear resistance, compared with the two atmospheres initially used.

Once the manufacturing path for the M-type tool steel by powder metallurgy was defined, the grain size growth was computationally model using the proposal of S. J. Park [1]. The author uses the Arrhenius' Law to express the velocity in the grain size when increasing the temperature and its microstructural evolution rises in function of time. The ODE45 from MATLAB software was used for the solution of the proposed differential equation, which describes the behavior of the simplified growth rate. The variables of the mathematical model were obtained with the experimental sintering model from 900 °C with a grain size of 2.42 µm. Then, nine more samples were used for grain size measurements as time goes by; therefore, the activation energy was 266.91 kJ/mol, the pre-exponential factor was 3×10^{10} µm³/s and the final grain size of 75.5 µm at 1375 °C holding by 60 minutes.

Finally, the manufactured steel was subjected to heat treatments to complete the manufacturing process. The steel was quenched, tempered, and annealed by globalization for 48 hours, improving the hardness values to 812HV, 813 HV, and 742 HV, respectively. The microstructure was favored by the last thermal treatment to achieve the dissolution of the segregated carbides at the grain boundary to the fine martensitic matrix.

Keywords: compaction pressure, sintering temperature, control atmosphere, liquid phase sintering, grain edge diffusion, pre-exponential factor, activation energy, and spheroidization.

Contenido

	Pág.
Resumen	IX
Lista de figuras.....	XVI
Lista de tablas	XXII
Lista de Símbolos y abreviaturas.....	XXIV
Introducción	1
1. Metodología experimental y prueba piloto para evaluar el efecto de la presión de compactación y temperatura de sinterizado sobre la fabricación del acero M2. ..	7
1.1 Introducción	7
1.2 Diseño de experimentos	7
1.3 Proceso de fabricación	10
2. Fase I: Fabricación y caracterización mecánica y tribológica del acero tipo M 13	13
2.1 Material de partida	13
2.2 Propiedades físicas	16
2.2.1 Densidad en verde	17
2.2.2 Procedimiento para la medición de la densidad de sinterizado	18
2.3 Microestructura	19
2.3.1 Atmósfera control de vacío.....	19
2.3.2 Atmósfera control de argón	23
2.4 Propiedades mecánicas.....	28
2.4.1 Dureza	28
2.4.2 Ensayo de flexión transversal TRS.....	30
2.4.3 Ensayo de desgaste.....	33
2.5 Discusión de resultados.....	39
2.5.1 Propiedades físicas (densidad)	39
2.5.2 Propiedades microestructurales	41
2.5.3 Propiedades mecánicas (dureza, resistencia a la flexión transversal y desgaste)	43
3. Análisis de varianza ANOVA	49
3.1.1 Dureza como superficie de respuesta del análisis ANOVA del diseño DOE sinterizado bajo atmósfera de vacío	49
3.1.2 Dureza como superficie de respuesta del análisis ANOVA del diseño DOE sinterizado bajo atmósfera control de argón	52

3.1.3	Resistencia a la flexión como superficie de respuesta del análisis ANOVA del diseño DOE sinterizado bajo atmósfera de vacío.....	55
3.1.4	Resistencia a la flexión como superficie de respuesta del análisis ANOVA del diseño DOE sinterizado bajo atmósfera de argón	58
3.2	Discusión de resultados	61
4.	Fase II: Efecto de la atmósfera control.....	63
4.1	Densificación	63
4.2	Microestructura.....	65
4.2.1	Atmósfera de vacío.....	66
4.2.2	Atmósfera control de argón.....	67
4.2.3	Atmósfera control de N ₂ H ₂	69
4.3	Propiedades mecánicas	71
4.3.1	Dureza	71
4.3.2	Ensayo de resistencia a la flexión transversal TRS.....	72
4.3.3	Desgaste	74
4.4	Discusión de resultados	77
5.	Fase III: Modelado del crecimiento del tamaño de grano.....	79
5.1	Modelo matemático	80
5.2	Curva experimental del tamaño de grano	83
5.3	Método numérico.....	84
5.4	Resultados	85
5.4.1	Curva experimental.....	85
5.4.2	Solución numérica y analítica	90
5.5	Discusión de resultados	92
6.	Fase IV: Tratamientos térmicos	95
6.1	Temple y revenido.....	98
6.2	Recocido de globulización.....	100
6.3	Microestructura.....	101
6.3.1	Temple	101
6.3.2	Temple y revenido	102
6.3.3	Recocido por globulización a 24, 36 y 48 horas	103
6.4	Propiedades físicas	107
6.4.1	Densidad de temple y revenido.....	107
6.4.2	Densidad de recocido de globulización	107
6.5	Propiedades mecánicas	108
6.5.1	Dureza	108
6.5.2	Resistencia al desgaste	109
6.6	Discusión de resultados	111
7.	Discusiones generales	113
7.1	Efecto de la presión de compactación y temperatura de sinterizado	113
7.2	Efecto de la atmósfera control	115
7.3	Crecimiento del tamaño de grano.....	116
7.4	Tratamientos térmicos	117
8.	Conclusiones y recomendaciones	119
8.1	Conclusiones Fase I	119
8.2	Conclusiones Fase II.....	120

8.3	Conclusiones Fase III	121
8.4	Conclusiones Fase IV	122
8.5	Recomendaciones	122
Bibliografía		125

Lista de figuras

	Pág.
Figura I- 1: Descripción de las fases de la tesis.	5
Figura 1- 2: Compactación de polvos.	9
Figura 1- 3: Muestras cilíndricas cubiertas con solución de grafito.	10
Figura 1- 4: Curva de sinterizado a 1200 °C.	11
Figura 1- 5: Curva de sinterizado a 1300 °C.	11
Figura 2- 1: Morfología de polvo pulvimetalúrgico – Imagen obtenida por SEM a 500X.	14
Figura 2- 2: Micrografía SEM del polvo pulvimetalúrgico a 500X.	14
Figura 2- 3: Análisis de imagen SEM con ImageJ, áreas negras equivalentes a las partículas áreas blancas (cinta de carbono).	14
Figura 2- 4: Difractograma de polvo pulvimetalúrgico de acero tipo M.	15
Figura 2- 5: (a) Micrografía de partículas de polvo pulvimetalúrgico de acero tipo M a 5000X. (b) Micrografía del detalle superficial de la partícula del polvo pulvimetalúrgico de acero tipo M a 10000X. (c), (d) y (e) Espectros EDS de análisis puntual de las partículas del polvo del acero para herramientas tipo M zonas 1(c), 2(e), 3(d).	16
Figura 2- 6: Metalografía de muestra compactada a 650 MPa, temperatura de sinterizado de 1200 °C bajo atmósfera de vacío a 100X.	20
Figura 2- 7: Metalografías de 3 zonas de muestra sometida a presión de compactación de 650 MPa, temperatura de sinterizado 1200 °C bajo atmósfera de vacío a 1000X. (a) borde de la muestra, (b) intermedio de la muestra y (c) centro de la muestra.	21
Figura 2- 8: Metalografía de muestra compactada a 650 MPa, temperatura de sinterizado de 1300 °C bajo atmósfera de vacío a 100X.	21
Figura 2- 9: Metalografías de 3 zonas de muestra sometida a presión de compactación de 650 MPa, temperatura de sinterizado 1300 °C bajo atmósfera de vacío a 1000X. (a) borde de la muestra, (b) intermedio de la muestra y (c) centro de la muestra.	21
Figura 2- 10: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, temperatura de sinterizado a 1200 °C bajo atmósfera de vacío a 100X.	22
Figura 2- 11: Metalografías de 3 zonas de muestra sometida a presión de compactación de 750 MPa, temperatura de sinterizado 1200 °C bajo atmósfera de vacío a 1000X. (a) borde de la muestra, (b) intermedio de la muestra y (c) centro de la muestra.	22
Figura 2- 12: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, temperatura de sinterizado a 1300 °C bajo atmósfera de vacío a 100X.	23

Figura 2- 13: Metalografías de 3 zonas de muestra sometida a presión de compactación de 750 MPa, temperatura de sinterizado 1300 °C bajo atmósfera de vacío a 1000X. (a) borde de la muestra, (b) intermedio de la muestra y (c) centro de la muestra.	23
Figura 2- 14: Metalografía de muestra compactada a 650 MPa, temperatura de sinterizado de 1200 °C bajo atmósfera control de argón.	24
Figura 2- 15: Metalografías de 3 zonas de muestra sometida a presión de compactación de 650 MPa, temperatura de sinterizado 1200 °C bajo atmósfera control de argón a 1000X. (a) borde de la muestra, (b) intermedio de la muestra y (c) centro de la muestra.	24
Figura 2- 16: Metalografía de muestra compactada a 650 MPa, temperatura de sinterizado de 1300 °C bajo atmósfera control de argón.	25
Figura 2- 17: Metalografías de 3 zonas de muestra sometida a presión de compactación de 650 MPa, temperatura de sinterizado 1300 °C bajo atmósfera control de argón a 1000X. (a) borde de la muestra, (b) intermedio de la muestra y (c) centro de la muestra.	25
Figura 2- 18: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, temperatura de sinterizado de 1200 °C bajo atmósfera control de argón.	26
Figura 2- 19: Metalografías de 3 zonas de muestra sometida a presión de compactación de 750 MPa, temperatura de sinterizado 1200 °C bajo atmósfera control de argón a 1000X. (a) borde de la muestra, (b) intermedio de la muestra y (c) centro de la muestra.	26
Figura 2- 20: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, temperatura de sinterizado de 1300 °C bajo atmósfera control de argón.	26
Figura 2- 21: Metalografías de 3 zonas de muestra sometida a presión de compactación de 750 MPa, temperatura de sinterizado 1300 °C bajo atmósfera control de argón a 1000X. (a) borde de la muestra, (b) intermedio de la muestra y (c) centro de la muestra.	27
Figura 2- 22: Diagrama de fases binario del acero para herramientas M2 [7]. Se indica en amarillo el porcentaje de carbono del acero producido.	28
Figura 2- 23: Esquema de ensayo de flexión transversal a muestras prismáticas rectangulares.	31
Figura 2- 24: Imagen SEM de muestra sometida a presión de compactación de 750 MPa, temperatura de sinterizado de 1200 °C bajo atmósfera de control de argón, a 5000X con modo de falla por clivaje.	33
Figura 2- 25: Montaje de muestra después de ensayo de desgaste.	34
Figura 2- 26: Microscopia óptica de arena usada en ensayo de desgaste a 100X.	34
Figura 2- 27: Imágenes de microscopia óptica de muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío sometidas al ensayo de desgaste. (a) 650 MPa - 1200 °C – vacío, (b) 650 MPa - 1300 °C – vacío, (c) 750 MPa - 1200 °C – vacío y (d) 750 MPa - 1300 °C – vacío.	36
Figura 2- 28: Imágenes de microscopia óptica de muestras sinterizadas bajo atmósfera control de argón sometidas al ensayo de desgaste. (a) 650 MPa - 1200 °C – argón, (b) 650 MPa - 1300 °C – argón, (c) 750 MPa - 1200 °C – argón y (d) 750 MPa - 1300 °C - argón.	36

Figura 2- 29: Reconstrucción en SEM de huellas de desgaste de muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío. (a) 650 MPa - 1200 °C, (b) 650 MPa - 1300 °C, (c) 750 MPa - 1200 °C y (d) 750 MPa - 1300 °C.....	37
Figura 2- 30: Reconstrucción en SEM de huellas de desgaste de muestras sinterizadas bajo atmósfera control de argón (a) 650 MPa - 1200 °C, (b) 650 MPa - 1300 °C, (c) 750 MPa - 1200 °C y (d) 750 MPa - 1300 °C.	38
Figura 2- 31: Comparación de dureza de muestra sometida a presión de compactación de 650 MPa, temperatura de sinterizado a 1200 °C bajo atmósfera de control de vacío y argón.	43
Figura 2- 32: Comparación de dureza de muestra sometida a presión de compactación de 650 MPa, temperatura de sinterizado a 1300 °C bajo atmósfera de control de vacío y argón.	44
Figura 2- 33: Comparación de dureza de muestra sometida a presión de compactación de 750 MPa, temperatura de sinterizado a 1200 °C bajo atmósfera de control de vacío y argón.	45
Figura 2- 34: Comparación de dureza de muestra sometida a presión de compactación de 750 MPa, temperatura de sinterizado a 1300 °C bajo atmósfera control de vacío y argón.	45
Figura 3- 1: Matriz de interacción entre factores sinterizados bajo atmósfera de vacío ..	50
Figura 3- 2: Efectos principales para la dureza de las muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío.	50
Figura 3- 3: Matriz de interacción entre factores sinterizados bajo atmósfera control de argón.	53
Figura 3- 4: Efectos principales para la dureza de las muestras sinterizadas bajo atmósfera control de argón.	53
Figura 3- 5: Matriz de interacción entre factores sinterizados bajo atmósfera de vacío ..	56
Figura 3- 6: Efectos principales para la dureza de las muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío.	56
Figura 3- 7: Matriz de interacción entre factores sinterizados bajo atmósfera de argón.	58
Figura 3- 8: Efectos principales para la dureza de las muestras sinterizadas bajo atmósfera control de argón	59
Figura 3- 9: Efectos principales para la dureza de las muestras sinterizadas bajo atmósfera control de argón.	60
Figura 4- 1: Ciclo de sinterizado de muestras compactadas a 750 MPa llevadas a temperatura de sinterización de 1375 °C bajo atmósfera control variable.	64
Figura 4- 2: Microestructura de muestra obtenida por presión de compactación de 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de N ₂ H ₂	65
Figura 4- 3: Muestras a sinterizar depositas en cajas de grafito.	65
Figura 4- 4: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera de vacío a 500X.	66

Figura 4- 5: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera de vacío a 1000X.....	66
Figura 4- 6: Análisis EDS puntual a muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera de vacío a 5000X. (a) Imagen SEM de análisis EDS. (b) Espectro de EDS puntual.	67
Figura 4- 7: Difractograma de muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera de vacío.	67
Figura 4- 8: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de argón a 500X.....	68
Figura 4- 9: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de argón a 1000X.....	68
Figura 4- 10: Análisis EDS puntual a muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de argón a 5000X. (a) Imagen SEM. (b) Espectro de EDS puntual.	69
Figura 4- 11: Difractograma de muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de argón.	69
Figura 4- 12: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de N ₂ H ₂ a 500X.	70
Figura 4- 13: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de N ₂ H ₂ a 1000X.	70
Figura 4- 14: Análisis EDS puntual a muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de N ₂ H ₂ a 5000X. (a) Imagen SEM DE análisis EDS puntual. (b) Espectro de EDS puntual	70
Figura 4- 15: Difractograma de muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de N ₂ H ₂	71
Figura 4- 16: (a) Imagen SEM de la superficie de falla de muestra sinterizada bajo atmósfera de control de vacío a 5000X. (b) Imagen SEM de superficie de falla de muestra sinterizada bajo atmósfera de vacío para análisis EDS. (c) Análisis puntual de EDS.	73
Figura 4- 17: (a) Imagen SEM de la superficie de falla de muestra sinterizada bajo atmósfera de control de argón a 5000X. (b) Imagen SEM de superficie de falla de muestra sinterizada bajo atmósfera control de argón. (c) Espectro EDS de análisis puntual a superficie de falla.	73
Figura 4- 18: (a) Imagen SEM de la superficie de falla de muestra sinterizada bajo atmósfera de control de N ₂ H ₂ a 5000X. (b) Imagen SEM de superficie de falla de muestra sinterizada bajo atmósfera control de N ₂ H ₂ . (c) Espectro EDS de análisis puntual a superficie de falla.	74
Figura 4- 19: Imágenes de desgaste de microscopia óptica y reconstrucción SEM de huella de desgaste de muestras sinterizadas. (a) Atmósfera de vacío, (b) Atmósfera control de argón y (c) Atmósfera control de N ₂ H ₂	75
Figura 4- 20: (a) Análisis EDS puntual realizado a muestra sinterizada bajo atmósfera de control de N ₂ H ₂ 2000X. (b) Espectro de análisis EDS puntual 1 a muestra sinterizada bajo atmósfera de control de N ₂ H ₂ . (c) Espectro de análisis EDS puntual 2 a muestra sinterizada bajo atmósfera de control de N ₂ H ₂	76

Figura 4- 21: Metalografías de porosidad de muestras sinterizadas (a) atmósfera de vacío, (b) atmósfera control de argón y (c) atmósfera control de N_2H_2 77

Figura 5- 1: Puntos de medición del tamaño de grano de la curva experimental..... 84

Figura 5- 2: Metalografías de cada punto de medición en la rampa de calentamiento, revelando el borde de tamaño de grano a 1000X..... 87

Figura 5- 3: Metalografías de cada punto de medición en la isoterma, revelando el borde de tamaño de grano a 200X..... 88

Figura 5- 4: Ajuste de curva experimental para encontrar k_0 y Q_g 89

Figura 5- 5: Valores de tamaño de grano obtenidos por el solucionador ODE45, solución analítica y valores experimentales. 91

Figura 5- 6: Errores relativos de la curva del tamaño de grano obtenida por el método numérico versus la curva experimental. 91

Figura 6- 1: Diagrama IT de acero AISI M 2:3 HSS [35]. 96

Figura 6- 2: Diagrama TTT VANADIS 23 Super Clean [36]. 96

Figura 6- 3: Tratamiento térmico Temple/piloto a 1150 °C. 97

Figura 6- 4: Imágenes de microscopía óptica de muestras templadas a 1000X (a) atmósfera de vacío, (b) atmósfera control de argón y (c) atmósfera control de N_2H_2 98

Figura 6- 5: Temple a 1200 °C de muestras sinterizadas bajo atmósfera control de N_2H_2 99

Figura 6- 6: Temple a 1200 °C y revenido a 525 °C de muestras sinterizadas bajo atmósfera control de N_2H_2 100

Figura 6- 7: Recocido de globulizado a 780 °C por 24 horas..... 101

Figura 6- 8: Metalografía de acero pulvimetalúrgico tratado térmicamente con temple a 1200 °C a 1000X..... 102

Figura 6- 9: Metalografía de acero pulvimetalúrgico tratado térmicamente con temple a 1200 °C y tres revenidos a 525 °C a 1000X. 103

Figura 6- 10: Metalografía por MO de acero pulvimetalúrgico tratado térmicamente con recocido por globulización durante 24 horas a 200X. (a) Borde de la muestra y (b) centro de la muestra. (c) Imagen SEM del centro de la muestra de zonas de menor contraste presentes en el límite de grano a 5000X. 104

Figura 6- 11: Metalografía por MO de acero pulvimetalúrgico tratado térmicamente con recocido por globulización durante 36 horas a 200X. (a) Borde de la muestra y (b) centro de la muestra. (c) Imagen SEM del centro de la muestra de zonas de menor contraste presentes en el límite de grano a 3000X. 105

Figura 6- 12: Metalografía por MO de acero pulvimetalúrgico tratado térmicamente con recocido por globulización durante 48 horas a 1000X. (a) Borde de la muestra y (b) centro de la muestra. Imagen SEM del centro de la muestra de zonas de menor contraste presentes en el límite de grano a 3000X. 106

Figura 6- 13: Imágenes SEM de carburos globulares a (a) 24, (b) 36 y (c) 48 horas de recocido isotérmico de acero obtenido por vía pulvimetalúrgica..... 107

Figura 6- 14: Análisis EDS puntual realizado a muestra sinterizada bajo atmósfera de control de N_2H_2 5000X. (a) Imagen SEM. (b) Espectro de análisis puntual 1 y (c) Análisis puntual 2.	110
Figura 6- 15: Perfiles de rugosidad de las huellas de muestras sometidas a ensayo de desgaste tratadas térmicamente. (a) Huella de muestra templada, (b) Huella de muestra revenida y (c) Huella de muestra recocida por 48 horas.	110
Figura 8 - 1: Valores de dureza de las muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío.	119
Figura 8 - 2: Valores de dureza de las muestras sinterizadas bajo atmósfera control de argón.	120

Lista de tablas

Pág.

Tabla 1- 1: Diseño de experimentos (Design of experiments, DOE) factorial 2^28

Tabla 2- 1: Densidades aparentes de las muestras cilíndricas en verde con presiones de compactación a 650 y 750 MPa. 17

Tabla 2- 2: Valores de densidad de muestras sinterizadas a 1200 °C y 1300 °C bajo atmósfera control de vacío – Fase I. 18

Tabla 2- 3: Valores de densidad de muestras sinterizadas a 1200 °C y 1300 °C bajo atmósfera control de argón – Fase I..... 19

Tabla 2- 4: Porcentajes de porosidad de muestras sinterizadas en atmósfera de vacío. 20

Tabla 2- 5: Porcentaje de porosidad de muestras sinterizadas en atmósfera control de argón.24

Tabla 2- 6: Valores de dureza promedio del borde de las muestras sinterizadas con atmósfera de vacío Fase I.....28

Tabla 2- 7: Valores de dureza promedio del borde de las muestras sinterizadas con atmósfera control de argón Fase I.....29

Tabla 2- 8: Valores de dureza promedio de zona intermedia de las muestras sinterizadas con atmósfera de vacío Fase I.29

Tabla 2- 9: Valores de dureza promedio de zona intermedia de las muestras sinterizadas con atmósfera control de argón Fase I.....29

Tabla 2- 10: Valores de dureza promedio de zona central de las muestras sinterizadas con atmósfera de vacío Fase I.29

Tabla 2- 11: Valores de dureza promedio de zona central de las muestras sinterizadas con atmósfera control de argón Fase I.....29

Tabla 2- 12: Valores de la resistencia a flexión de muestras prismáticas sinterizadas con atmósfera de vacío Fase I.....31

Tabla 2- 13: Valores de la resistencia a flexión de muestras prismáticas sinterizadas con atmósfera control de argón Fase I.....32

Tabla 2- 14: Resultados de ensayo a desgaste realizado a muestras sinterizadas bajo la atmósfera de vacío.34

Tabla 2- 15: Resultados de ensayo a desgaste realizado a muestras sinterizadas bajo la atmósfera de argón.....35

Tabla 3- 1: Análisis de varianza de diseño factorial 2^2 cuyas muestras fueron sinterizadas bajo atmósfera de vacío.	51
Tabla 3- 2: Comportamiento de los valores de dureza a partir del modelo de regresión lineal.....	52
Tabla 3- 3: Análisis de varianza de diseño factorial 2^2 cuyas muestras fueron sinterizadas bajo atmósfera control de argón.	54
Tabla 3- 4: Comportamiento de los valores de dureza a partir del modelo de regresión lineal.....	55
Tabla 3- 5: Análisis de varianza de diseño factorial 2^2 cuyas muestras fueron sinterizadas bajo atmósfera de vacío.	57
Tabla 3- 6: Comportamiento de los valores de dureza a partir del modelo de regresión lineal.....	58
Tabla 3- 7: Análisis de varianza de diseño factorial 2^2 cuyas muestras fueron sinterizadas bajo atmósfera de argón.....	59
Tabla 3- 8: Comportamiento de los valores de dureza a partir del modelo de regresión lineal.....	61
Tabla 4- 1: Resultados de densificación al incrementar la temperatura de sinterizado...	63
Tabla 4- 2: Resultados de dureza de muestras sinterizadas bajo atmósfera variable	72
Tabla 4- 3: Valores de la resistencia a flexión de muestras prismáticas sinterizadas con atmósfera control variable.	72
Tabla 4- 4: Resultados de ensayo a desgaste realizado a muestras sinterizadas bajo la atmósfera variable.....	75
Tabla 5- 1: Resultados del tamaño de grano experimentales.....	86
Tabla 6- 1: Resultados de dureza de muestras sinterizadas bajo atmósfera variable tratadas térmicamente con temple a 1150 °C en agua.	98
Tabla 6- 2: Valores de dureza de muestras de acero obtenido por vía pulvimetalúrgica tratado térmicamente con temple, revenido y recocido.....	108
Tabla 6- 3: Resultados de ensayo de desgaste realizado a las muestras tratadas térmicamente por temple, revenido y recocido de globulización por 48 horas.	109

Lista de Símbolos y abreviaturas

Símbolos con letras latinas

Símbolo	Término	Unidad SI	Definición
$\frac{dG}{dt}$	Tasa de crecimiento del grano	$\mu\text{m/s}$	$\frac{k_0}{3G^2} \exp\left(-\frac{Q_g}{RT}\right)$
G	Tamaño de grano	μm	Experimental
h	Tamaño de paso	min	12
K_0	Factor pre-exponencial	$\mu\text{m}^3/\text{s}$	-
Q_g	Energía de activación	kJ/mol	Experimental
R	Constante de los gases ideales	J/K mol	8.134472
t	Tiempo	S	-
T	Temperatura	K	Ec. (5. 6)

Símbolos con letras griegas

Símbolo	Término	Unidad SI	Definición
α	Error correspondiente a la confiabilidad del 95 %	-	-
β_i	Coeficientes estimados del modelo de-regresión lineal	-	-
X_i	Factor del diseño de experimentos nivel alto o bajo	HV, MPa	-
\hat{y}	Función que describe el comportamiento de la regresión lineal de la superficie de respuesta	HV, MPa	-

Superíndices

Superíndice	Término
k	Exponente, potencia. Número de factores del diseño de experimentos factorial.
L	Líquido
Prom	Valor promedio

Abreviaturas

Abreviatura	Término
ANOVA	Análisis de varianza
<i>dcv</i>	Dureza bajo atmósfera de vacío
<i>dca</i>	Dureza bajo atmósfera de argón
EDS	Energía de dispersión de rayos X
EDO	Ecuación diferencial ordinaria
\widehat{DA}	Valor de dureza de muestras sinterizadas bajo atmósfera de argón según regresión lineal
DA_T	Nivel alto o bajo de temperatura de sinterizado que tiene efecto en la dureza bajo atmósfera control de argón
DA_I	Nivel alto o bajo de la interacción de presión de compactación y temperatura que tiene efecto en la dureza bajo atmósfera control de argón
\widehat{DV}	Valor de dureza de muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío según regresión lineal
DV_P	Nivel alto o bajo de presión de compactación que tiene efecto en la dureza bajo atmósfera control de argón
DV_T	Nivel alto o bajo de temperatura de sinterizado que tiene efecto en la dureza bajo atmósfera de vacío
<i>FrF</i>	Paquete de análisis de diseños de experimentos factoriales de MATLAB
<i>F</i>	Cociente de varianza muestral
<i>g-f</i>	Gramos fuerza
<i>HV</i>	Dureza Vickers
<i>RMS</i>	Raíz del error cuadrático medio
R^2	Error cuadrático medio
<i>SEM</i>	Microscopia electrónica de barrido
<i>RK</i>	Runge Kutta
<i>TRS</i>	Resistencia a la flexión transversal
<i>trsa</i>	Resistencia a la flexión transversal bajo atmósfera de argón
<i>trsv</i>	Resistencia a la flexión transversal bajo atmósfera control de vacío
\widehat{TRSA}	Valor de resistencia a la flexión transversal de muestras sinterizadas bajo atmósfera de argón según regresión lineal
\widehat{TRSV}	Valor de resistencia a la flexión transversal de muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío según regresión lineal
$TRSA_P$	Nivel alto o bajo de presión de compactación que tiene efecto en la resistencia a flexión bajo atmósfera control de argón

$TRSA_T$	Nivel alto o bajo de temperatura de sinterizado que tiene efecto en la resistencia a flexión bajo atmósfera control de argón
$TRSV_T$	Nivel alto o bajo de temperatura de sinterizado que tiene efecto en la resistencia a flexión bajo atmósfera control de vacío
1	Borde de la muestra
2	Zona intermedia de la muestra
3	Centro de la muestra

Introducción

En el siglo XIX hacia los años 70, la creación de aceros especiales usados para la fabricación de herramientas se le debe al metalúrgico británico Robert Mushet [2], quien mediante la agregación de manganeso en el proceso de aceración mejoró el comportamiento de dichos aceros. Debido a que el acero en su fase líquida tiende a oxidarse, la adición del manganeso inhibe dicho fenómeno. Este tipo de avances se lograban por ensayo y error, como el haber realizado un enfriamiento lento a una barra de acero que sale a rojo vivo del horno, encontrando que su composición química había variado pues contenía tungsteno el cual aumentaba considerablemente su dureza.

A partir de dichos descubrimientos se adoptó la adición de elementos aleantes, evaluando así los beneficios que traía para el acero. El acero rápido tipo M para herramientas tiene como elementos aleantes al Cr por lo que se verá favorecida su dureza, resistencia al desgaste y abrasión. Con la adición de W la dureza se mantendrá bajo altas temperaturas, con el Mo la resistencia a la tracción y fluencia mecánica serán también favorecidas, con Co también se favorecerá la dureza y resistencia, mientras que con el Ni se mejora su tenacidad. Como se ha mencionado, la adición de Mn es útil durante el sinterizado en fase líquida por ser un agente reductor de óxido, por lo que hace parte de los elementos aleantes. Respecto a la formación de carburos, que son los que le aportan dureza al acero, se tienen elementos como el Mo, V y W.

El trabajo convencional de los metales denominado “forja” involucra la deformación plástica de metal mediante la aplicación de fuerzas compresivas localizadas generadas por matrices como máquinas de forja, martillos o prensas [3]. Según la historia, el primer acercamiento fue cuando se calentó una esponja de hierro que al golpearla con un martillo de piedra se le daba forma y se obtenía un implemento de gran utilidad. Con el paso del tiempo se establecieron diferentes procesos de aplicación de fuerza localizada como el

metal extruido de tal manera que se aumenta su longitud, así su sección transversal se viese reducida [3].

El forjado denominado “near net shape” busca minimizar el desperdicio mediante la formación de partes cuyas dimensiones finales sean cercanas a lo requerido como engranajes o bujes, ello implica un incremento en costos del diseño y proceso de forja. Ante la necesidad de avance en la obtención de este tipo de piezas con excelentes propiedades se adoptó una nueva técnica denominada pulvimetalurgia o metalurgia de polvos, que consiste en la obtención de pequeñas piezas a partir de polvos metálicos que han sido mezclados por molienda o atomizados en gas o agua, para que luego puedan ser compactados en frío y luego ser sinterizados o ser compactados y sinterizados simultáneamente. En algunos casos las piezas pulvimetalúrgicas pueden contar con procesos posteriores como un maquinado o tratamientos térmicos.

A nivel internacional, J. M. Ruiz-Román et al investigaron acerca de la inyección por molde (MIM, por sus siglas en ingles) de polvos metalúrgicos M2 en 1996, optimizando la sinterización bajo atmósfera de argón y la eliminación del ligante para la obtención de acero para herramientas con acero M2. El polvo pulvimetalúrgico fue mezclado con ligante de ceras poliolefínicas, para luego ser depositado en un lecho de alúmina y llevado a la temperatura de sinterizado de 1150 °C alcanzando la mejor densidad, obteniendo una matriz ferrítica con carburos finos distribuidos homogéneamente [4].

La fabricación de aceros para herramientas a partir de polvos metalúrgicos ha sido un desafío debido a que cuando se alcanzan altas temperaturas ocurre la formación de fase líquida, por lo tanto, se dificulta el control de los cambios a nivel microestructural y la forma del componente debido a la distorsión [5]. La etapa de sinterizado del acero para herramientas M2 debe ser muy controlada ya que a bajas temperaturas no se alcanza la coalescencia completa de las partículas conllevando una densificación incompleta, de igual manera es un material muy sensible a fenómenos de descarburación. Se requiere la formación de fase líquida por cuanto favorece la segregación de carburos y homogeneización de la microestructura considerados aspectos importantes al evaluar la calidad del acero para herramientas. En función del contenido de carbono, acorde con el diagrama de fases binario [6], se llevará el acero a temperaturas entre 1200 °C y 1300 °C [7].

Viendo la necesidad de estar a la vanguardia con los procesos de fabricación a nivel mundial, se decide implementar el proceso de fabricación del acero tipo M por pulvimetalurgia convencional en la Universidad Nacional de Colombia, para tener un primer estudio sobre el comportamiento del sinterizado a partir de polvos metálicos pre-aleados bajo las condiciones ambientales e industriales que tiene el país, como también contar con un proceso que reducirá la pérdida de materia prima ofreciendo propiedades del material mejores que las que se tendrían por el método convencional (forja).

Durante el sinterizado se da la formación de fase líquida la cual facilita la unión de las partículas coadyuvando al crecimiento del grano y cierre de poros; sin embargo, el proceso de difusión en esta fase al ser mucho más rápido que en la fase sólida hace difícil su fabricación [8]. Ello requiere identificar cuáles son los parámetros de fabricación favorables para el acero tipo M basándose en el diagrama de fases [7], presión de compactación y temperatura de sinterizado; teniendo presente que la alta dureza y resistencia al desgaste son características por excelencia de este acero para herramientas. A nivel de microestructura se puede identificar primeramente si el material ofrece valores de dureza altos mediante la medición del tamaño de grano y al tener una relación inversamente proporcional los valores de dureza y desgaste se tiene un primer criterio que da paso a la obtención de valores por medio de los ensayos.

Con la caracterización de acero tipo M obtenido por vía pulvimetalúrgica convencional dadas las condiciones de presión de compactación, temperatura de sinterizado y atmósfera control, se puede plantear un estudio complementario a futuro en el que, mediante la adición de elementos aleantes como tungsteno, se identifiquen los efectos que generan mejora en las propiedades como la dureza. Así mismo, a partir de la solución de la ecuación diferencial del modelo matemático [1] que describe el crecimiento del tamaño de grano se pueden plantear diferentes condiciones de temperatura de sinterizado, evaluando las propiedades físicas y mecánicas del nuevo material. Por ello, los objetivos planteados para esta tesis son los siguientes:

Objetivo General

Implementar el proceso de fabricación por vía pulvimetalúrgica del acero de herramientas M2.

Objetivos Específicos

- Identificar las condiciones de presión de compactación, atmósfera control y temperatura de sinterizado que favorecen la microestructura del acero para herramientas M2.
- Evaluar el efecto de las condiciones de fabricación en la dureza, resistencia al desgaste, resistencia a la flexión y tenacidad del acero de herramientas M2.
- Modelar computacionalmente el crecimiento del tamaño de grano durante la etapa sinterización del acero para herramientas M2.
- Realizar ciclos térmicos de recocido, temple y revenido que favorezcan el comportamiento a fenómenos tribológicos del acero de herramientas M2.

Para cumplir con los objetivos propuestos, se ejecutaron cuatro fases. En la primera, se identificarán las condiciones de presión de compactación, temperatura de sinterizado y atmósfera control que favorecen su microestructura. En la segunda fase, se evaluará el efecto de las condiciones de fabricación en la dureza, resistencia al desgaste, resistencia a la flexión y tenacidad del acero. La tercera fase contará con diferentes puntos de medición del tamaño de grano del acero con el que se validará la solución de la ecuación diferencial del modelo matemático planteado por Park et al [1] del crecimiento del tamaño de grano durante la etapa de sinterización, y en la última fase, se realizarán ciclos térmicos de recocido, temple y revenido que favorezcan el comportamiento a fenómenos tribológicos del acero.

Cada fase contará con la implementación de técnicas de caracterización de materiales, que corresponde a microscopía óptica (OM), microscopía electrónica de barrido (SEM), análisis de energías dispersivas de rayos X (EDS) y análisis de difracción de rayos X (DRX), para la caracterización de la dureza se realiza microdureza vickers, para el análisis de la tenacidad se realiza ensayo de flexión (Transverse Rupture Strength, TRS) y para identificar el tipo de desgaste se realiza ensayo de resistencia al desgaste.

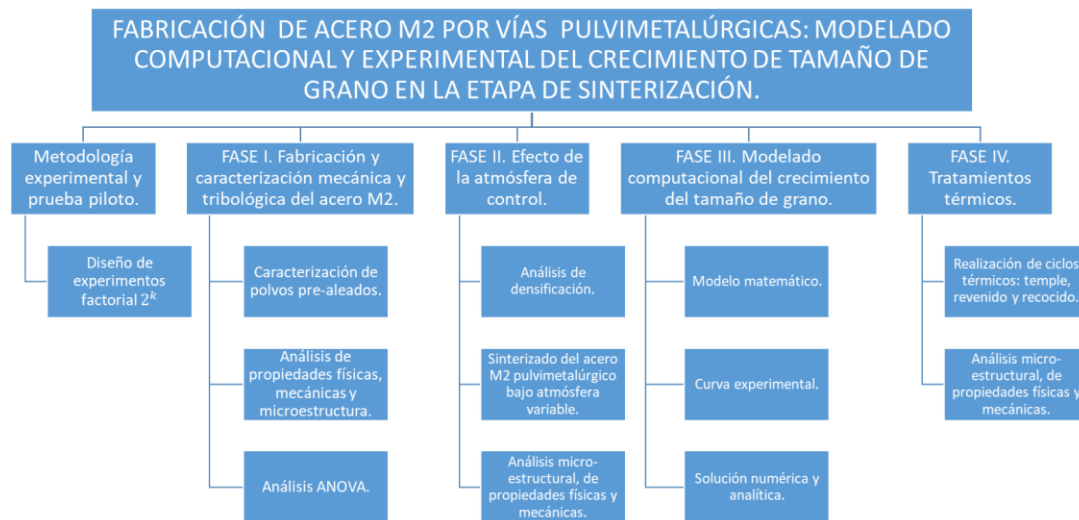


Figura I- 1: Descripción de las fases de la tesis.

1. Metodología experimental y prueba piloto para evaluar el efecto de la presión de compactación y temperatura de sinterizado sobre la fabricación del acero M2.

1.1 Introducción

La técnica de pulvimetalurgia empleada en este trabajo de investigación consta de la generación de presión de compactación de manera independiente al sinterizado, el cual requirió del planteamiento de un diseño de experimentos identificando cuál presión de compactación y temperatura de sinterizado favorecería las propiedades mecánicas y físicas del acero para herramientas tipo M obtenido por vía pulvimetalúrgica e igualmente identificar cuál de los dos factores mencionados tiene mayor influencia [9].

1.2 Diseño de experimentos

El diseño de experimentos ejecutado fue un diseño factorial 2^k , donde k es el número de factores, siendo dos que corresponden a presión de compactación y temperatura de sinterizado (Tabla 1- 1). Cada factor tiene dos niveles, para la presión de compactación el nivel alto tiene un valor de 750 MPa y el nivel bajo un valor de 650 MPa, mientras que para la temperatura de sinterizado el nivel bajo corresponde a 1200 °C y el nivel alto a 1300 °C. Los ciclos de sinterizado se realizaron bajo atmósfera de vacío y atmósfera control de argón.

Tabla 1- 1: Diseño de experimentos (Design of experiments, DOE) factorial 2².

Variable respuesta (Dureza, densidad y TRS)		Observaciones		
Presión de compactación [MPa]	Temperatura de sinterizado [°C]			
- ¹	-	1	1200	650
+ ²	-	a	1300	650
-	+	b	1200	750
+	+	ab	1300	750
¹ Nivel bajo de la presión de compactación o temperatura de sinterizado.				
² Nivel alto de la presión de compactación o temperatura de sinterizado.				

Fuente: Autor.

El material sometido a presión de compactación es el polvo de acero para herramientas tipo M, caracterizado con las técnicas de microscopia electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés), espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDS por sus siglas en inglés) y difracción de rayos X (DRX por sus siglas en inglés). Los moldes de compactación son de matriz flotante con geometría cilíndrica y rectangular, los cuales fueron lubricados para luego generar la compactación de los polvos introduciendo en la cavidad del molde una masa de 10 g para cada muestra. A continuación, se realiza la lubricación de los punzones con estearato de zinc y luego se coloca el punzón inferior y una vez depositados los polvos pre-aleados se coloca el punzón superior. Finalmente se realiza el proceso de compactación en una máquina universal generando la presión de compactación para posteriormente girar la matriz y retirar la muestra ya compacta en verde (ver Figura 1- 2).

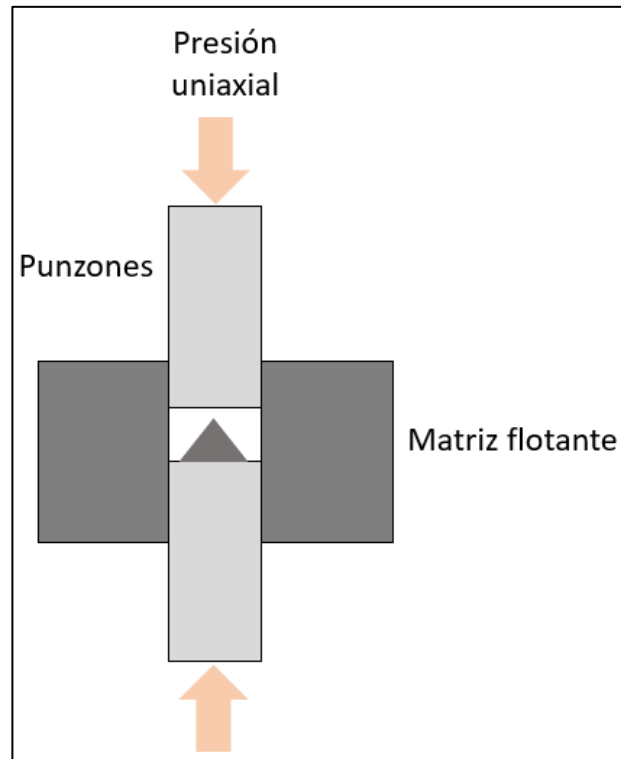


Figura 1- 2: Compactación de polvos.

Según el diseño de experimentos se fabricaron tres muestras cilíndricas y dos muestras prismáticas, por cada experimento a realizar como se mostrará más adelante. El procedimiento utilizado para la fabricación y realización de las pruebas experimentales se definió de la siguiente forma:

- Muestras cilíndricas. Se fabricaron tres muestras, dos muestras fueron utilizadas para realizar los ensayos mecánicos y una muestra para realizar observaciones a nivel microscópico.
- Muestras prismáticas. Se fabricaron dos muestras para el ensayo de flexión transversal (Transverse Rupture strength, TRS de sus siglas en ingles).

Para garantizar la aleatoriedad e independencia de las variables se compactaron 10 g del material, alternando los valores de presión de compactación; es decir, la primera muestra de polvos se sometió a presión de compactación de 650 MPa, luego otra muestra a 750 MPa y así sucesivamente. Paso seguido, se registraron las mediciones de altura y ancho para determinar la densidad en verde teórica de las muestras.

1.3 Proceso de fabricación

Las muestras fueron cubiertas con solución líquida de 17 % de grafito y 83 % de alcohol con el fin de intentar mitigar la descarburación que se genera debido a los elementos refractarios; luego, las muestras se ubican en una lámina de alúmina dentro del horno de vacío como se ilustra en la Figura 1- 3, para ser sinterizadas en función del tiempo y la temperatura seleccionadas, con una atmósfera de vacío de 0.081 mbar.



Figura 1- 3: Muestras cilíndricas cubiertas con solución de grafito.

El ciclo de sinterizado bajo atmósfera variable de argón y vacío, tanto de las muestras cilíndricas como las prismáticas, consta de dos etapas: la primera corresponde al precalentamiento hasta 400 °C a una tasa de 10 °C/min mantenida por 20 minutos, mientras la segunda etapa corresponde al calentamiento con la misma tasa hasta alcanzar la temperatura de sinterizado de 1200 °C y 1300 °C, con un tiempo de sostenimiento de la temperatura de una hora. Realizando la inyección de la atmósfera control a 900 °C. Las curvas de sinterización para ambos procesos se aprecian en la Figura 1- 4 y Figura 1- 5. Para garantizar la aleatoriedad de los ciclos de sinterizado se alternaban las muestras preparadas a diferentes temperaturas de sinterizado cada día.

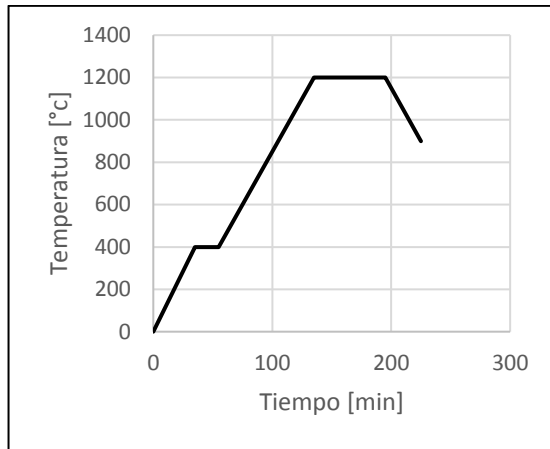


Figura 1- 4: Curva de sinterizado a 1200 °C.

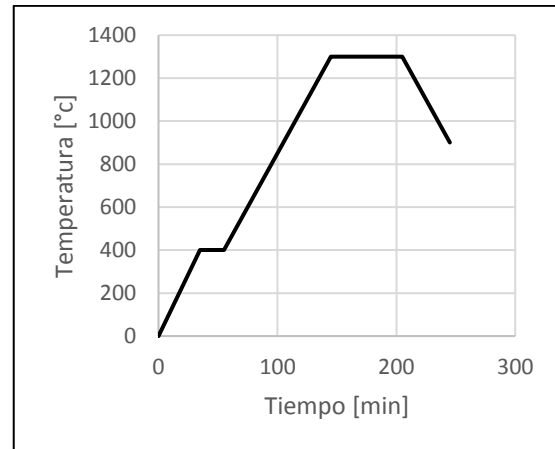


Figura 1- 5: Curva de sinterizado a 1300 °C.

Una vez finalizado el proceso de sinterizado se procedió con la preparación metalográfica, luego se realizó el corte por la sección longitudinal radial de las cuatro muestras correspondientes a las observaciones del diseño de experimentos para sinterizado bajo atmósfera de vacío y otras cuatro muestras para el sinterizado bajo atmósfera control de argón. Todas esas muestras contaron con análisis de porosidad y microestructura, las cuales fueron sumergidas en parafina líquida y luego expuestas a 165 °C por 2 horas con el fin de cubrir porosidades. Luego se empastillaron las muestras en resina de leucita y se procedió con la preparación y observación metalográfica [10]. A medida que se sinterizaba cada muestra, se obtenía la micrografía para evaluar la porosidad en el microscopio óptico.

Se realizaron los ensayos TRS con las muestras prismáticas de manera aleatoria, siguiendo el montaje experimental según el estándar ASTM B528 [11]. A las muestras cilíndricas se les midió la dureza mediante el ensayo de dureza Vickers [12] las cuales fueron pulidas y sometidas a ataque químico de nital al 3 % y 5 % de alcohol, para revelar e identificar las fases presentes. Una vez obtenidas las micrografías se identificaron tres zonas diferentes de interés para la realización del perfil de dureza, por lo que se realizan 5 microdurezas por cada zona. Para el ensayo de desgaste, según el estándar ASTM G65 las muestras se prepararon y fueron medidos los valores de masa inicial, densidad y masa final.

2.Fase I: Fabricación y caracterización mecánica y tribológica del acero tipo M

2.1 Material de partida

La materia prima usada en esta tesis de maestría fueron polvos pre-aleados pulvimetalúrgicos de acero para herramientas MATRIX M2/3. Se realizó la debida caracterización del material, bajo el seguimiento del estándar ASTM F3049-14 [13, 14], la preparación de la muestra de los polvos pre-aleados para análisis SEM (scanning electron microscopy), consistió en la deposición de una pequeña cantidad del polvo sobre una cinta de carbono que fue adherida a un pin de fijación de la plataforma del SEM, antes de posicionarlo se golpea el pin para retirar el material que ha quedado en exceso.

En primera instancia se realizó un análisis a nivel general, como se aprecia en la Figura 2- 1 observando partículas con formas esféricas, alargadas, redondas, irregulares y huecas como se observa en la Figura 2- 2. El proceso de obtención de este material fue por atomización por agua, ello se puede corroborar con la morfología irregular de las partículas, así como la presencia posible de formación de óxidos, asociada a la presencia elemental del oxígeno reportado por EDS (Figura 2- 5 d). Adicionalmente, como se evidencia en la Figura 2- 2, la heterogeneidad en la forma de las partículas favorece el reordenamiento de estas tras ser compactadas, lo cual favorece la reducción del porcentaje de porosidad después de ser sinterizado el material.

La imagen SEM se analizó con el software ImageJ para obtener el tamaño de partícula de los polvos de tal manera que se ingresaron los valores del alto de la imagen y el tamaño de la partícula más pequeña con un valor de 40 μm , estableciendo luego que se excluyeran las partículas que quedaron cortadas en el borde. Los datos que se obtienen son valores de área de cada partícula como se observa en la Figura 2- 3, el cual al realizar un análisis por grupos se obtiene el diámetro de la partícula correspondiente a 22.92 μm .

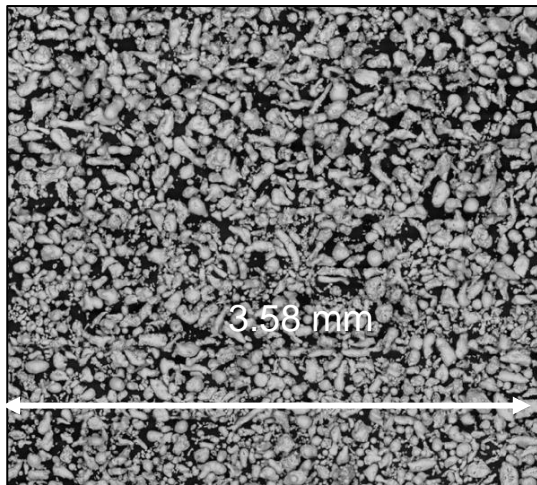


Figura 2- 1: Morfología de polvo pulvimetalúrgico – Imagen obtenida por SEM a 500X.

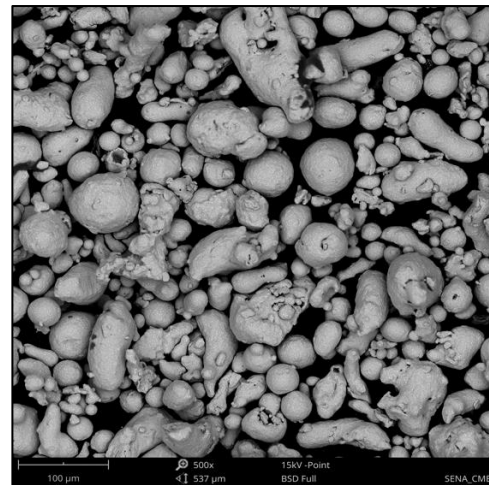


Figura 2- 2: Micrografía SEM del polvo pulvimetalúrgico a 500X.

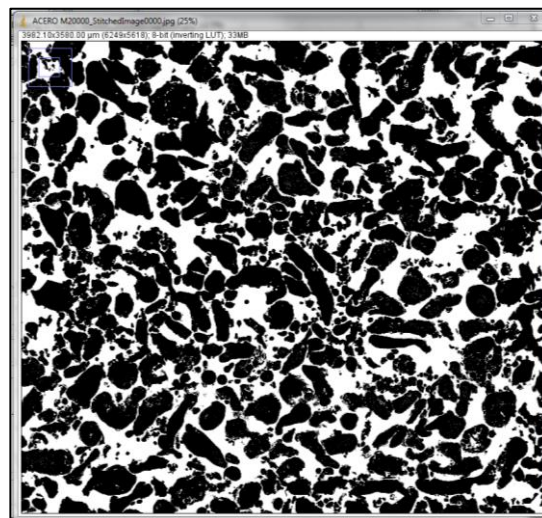


Figura 2- 3: Análisis de imagen SEM con ImageJ, áreas negras equivalentes a las partículas áreas blancas (cinta de carbono).

En la Figura 2- 5 se aprecia que superficialmente las partículas tienen embebidas en sí otro tipo de partículas más pequeñas y de alto contraste por lo que posiblemente pueden ser carburos. Con la implementación de la técnica EDS, se logra identificar semi-cuantitativamente el porcentaje de composición química de los elementos. El análisis se realizó a nivel general y puntual, como se aprecia en la Figura 2- 5 y adicionalmente se infiere que las zonas de mayor contraste están asociadas a la formación de carburos. En el análisis del puntual 1 de la Figura 2- 5, el espectro EDS muestra el silicio, nitrógeno y oxígeno asociado posiblemente como microaleantes.

El espectro del análisis semicuantitativo EDS puntual mostrado en la Figura 2- 5 c y e para el punto 1 y 2 da la información de que hay un alto contenido de hierro (78.57 % Fe de porcentaje atómico) y la presencia de níquel, cromo, carbono, vanadio, molibdeno y tungsteno. Con esa técnica se corrobora de forma elemental la presencia de elementos alógenos formadores de carburos como los elementos (Mo, W y V). Adicionalmente los elementos aleantes como Cr, Mo, V y W enriquecerán la fase ferrítica al presentar carácter alógeno lo que estabiliza dicha fase. Para el análisis del puntual 3 Figura 2- 5 d se identifica los elementos asociados a la matriz del acero tipo M, tales como hierro y cromo. Por otro lado, se observan el silicio, nitrógeno y oxígeno asociados posiblemente como microaleantes.

En cuanto a la identificación de fases presentes en los polvos de partida, se recurrió al análisis de difracción de rayos X, obteniendo el difractograma de la Figura 2- 4. Teniendo en cuenta los elementos químicos identificados en el análisis EDS se realizó la comparación de la base de datos de difractogramas del software X'Pert HighScore con los picos de energía del difractograma obtenido se identifica entonces la presencia de la fase ferrita, como también carburo tipo M_2C con molibdeno como elemento metálico que corresponde a los pequeños picos de energía posicionados a 39.87° y 44.62° .

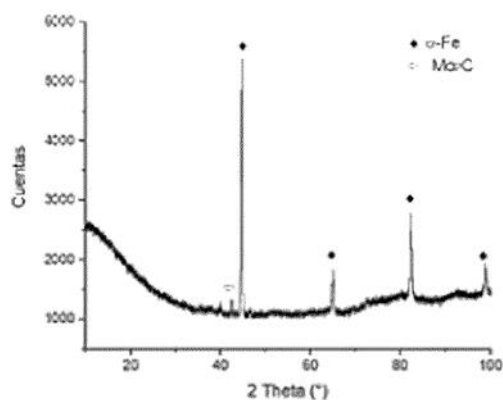


Figura 2- 4: Difractograma de polvo pulvimetalúrgico de acero tipo M.

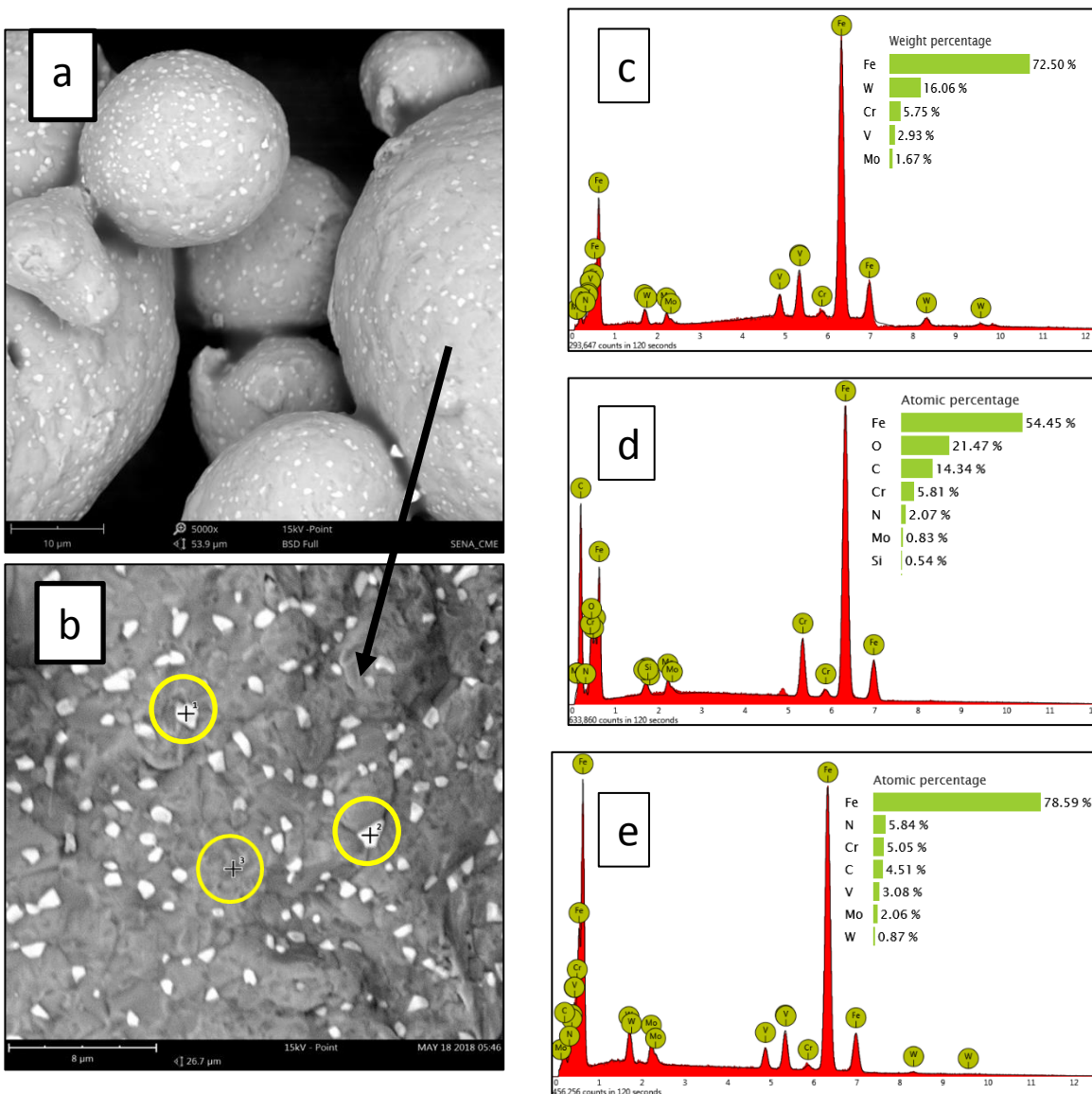


Figura 2- 5: (a) Micrografía de partículas de polvo pulvimetalúrgico de acero tipo M a 5000X. (b) Micrografía del detalle superficial de la partícula del polvo pulvimetalúrgico de acero tipo M a 10000X. (c), (d) y (e) Espectros EDS de análisis puntual de las partículas del polvo del acero para herramientas tipo M zonas 1(c), 2(e), 3(d).

2.2 Propiedades físicas

En la pulvimetalurgia lo que se busca respecto al material sinterizado es lograr estar cerca de la densidad del sólido entre un 90 % a 95 % utilizando la tecnología de fabricación que se llevó a cabo en este trabajo de investigación. Para la determinación de la densidad aparente en verde se realiza un seguimiento de cómo la presión de compactación y morfología del polvo favorecerán la compresibilidad del material en verde. Mientras que la

densidad de sinterizado se mide para controles de calidad del material sólido, determinando teóricamente el porcentaje de porosidad que contiene la muestra como también comprender los procesos de difusión, logrando la densificación del material en el ciclo de sinterizado y esto como se mencionó anteriormente depende de los parámetros de proceso utilizados en la fabricación.

2.2.1 Densidad en verde

Para la obtención de la densidad en verde se midieron las dimensiones del diámetro y el espesor de las muestras cilíndricas para obtener el valor correspondiente de volumen. Luego, por definición de densidad aparente, la masa de los polvos pulvimetalúrgicos correspondiente a 10 g se divide por el valor del volumen obtenido. La siguiente tabla contiene los valores finales de densidad aparente en verde:

Tabla 2- 1: Densidades aparentes de las muestras cilíndricas en verde con presiones de compactación a 650 y 750 MPa.

Presión de compactación [MPa]	Muestra	Diámetro [mm]			Valor medio	Espesor [mm]			Valor medio	Densidad aparente de las muestras en verde [g/cm ³]		Desviación estándar [g/cm ³]
		m1	m2	m3		m1	m2	m3				
650	1	16.02	15.97	15.95	15.98	7.64	7.66	7.64	7.65	6.52	6.44	0.09
	2	16.07	15.99	16.03	16.03	7.87	7.90	7.87	7.88	6.39		
	3	15.98	15.95	15.94	15.96	8.20	8.13	8.11	8.15	6.27		
	4	15.94	16.00	16.11	16.02	7.77	7.77	7.75	7.76	6.48		
	5	15.98	15.97	15.97	15.97	7.75	7.76	7.77	7.76	6.51		
	6	15.98	16.03	15.92	15.98	8.21	8.16	8.19	8.19	6.49		
750	1	16.03	15.98	15.95	15.99	7.58	7.60	7.60	7.59	6.64	6.66	0.20
	2	15.95	15.97	16.00	15.97	7.68	7.71	7.72	7.70	6.62		
	3	16.05	15.95	15.91	15.97	8.02	7.99	7.99	8.00	6.35		
	4	15.95	15.95	15.95	15.95	7.48	7.50	7.47	7.48	6.79		
	5	15.97	15.91	15.95	15.94	7.65	7.62	7.59	7.62	6.59		
	6	15.97	16.00	15.97	15.98	7.63	7.62	7.59	7.61	6.95		

2.2.2 Procedimiento para la medición de la densidad de sinterizado

El procedimiento de la medición de la densidad de las muestras sinterizadas se realizó bajo la norma ASTM B962 [15], con una balanza analítica usando el principio de Arquímedes. Se hizo uso del kit de determinación de densidad cuyos accesorios corresponden a termómetro, tamiz para peso en aire y en el medio. El recipiente contiene agua destilada a la que se le debía determinar la temperatura para ingresar el valor al programa de cálculo de densidad. La densidad se determina en función de la densidad del agua, masa de la muestra en aire y masa de la muestra en el medio, Rubiano explica en su tesis el proceso matemático [16].

Se colocó cada muestra en el tope del tamiz para inmersión de muestra, registrando el valor del peso en el aire, luego se sumergía la muestra ubicándola en la canasta en la balanza y se registraba el valor del peso en el medio (agua destilada). Para cada medida debía esperarse un tiempo estimado de 5 minutos. Se realizó la medición de 4 a 5 densidades, en la que se descartaba el primer valor que no concordaba con los demás al llenarse por primera vez los poros. A continuación, se encuentran los valores de densidad de sinterizado:

Tabla 2- 2: Valores de densidad de muestras sinterizadas a 1200 °C y 1300 °C bajo atmósfera control de vacío – Fase I.

Muestra	Atmósfera de sinterizado	Temperatura de sinterizado [°C]	Presión de compactación [MPa]	Densidad muestra [g/m ³]	Densidad promedio [g/m ³]	Desviación estándar [g/m ³]
1	Vacío	1200	650	6.78	6.78	0.01
2	Vacío	1200	650	6.77		
1	Vacío	1200	750	6.89	6.88	0.01
2	Vacío	1200	750	6.87		
1	Vacío	1300	650	6.78	6.82	0.06
2	Vacío	1300	650	6.87		
1	Vacío	1300	750	6.93	6.92	0.02

2	Vacío	1300	750	6.91		
---	-------	------	-----	------	--	--

Tabla 2- 3: Valores de densidad de muestras sinterizadas a 1200 °C y 1300 °C bajo atmósfera control de argón – Fase I.

Muestra	Atmósfera de sinterizado	Temperatura de sinterizado [°C]	Presión de compactación [MPa]	Densidad muestra [g/m ³]	Densidad promedio [g/m ³]	Desviación estándar [g/m ³]
1	Argón	1200	650	6.76	6.79	0.04
2	Argón	1200	650	6.82		
1	Argón	1200	750	6.94	6.93	0.01
2	Argón	1200	750	6.93		
1	Argón	1300	650	6.85	6.86	0.02
2	Argón	1300	650	6.87		
1	Argón	1300	750	6.97	6.98	0.01
2	Argón	1300	750	6.99		

2.3 Microestructura

A continuación, se presentan los resultados de las microestructuras obtenidas para la atmósfera de vacío y atmósfera control de argón, en función de la presión de compactación y temperatura de sinterizado.

2.3.1 Atmósfera control de vacío

En la Tabla 2- 4 se presentan los resultados de porosidad de las muestras sinterizadas en atmósfera de vacío que sirven para identificar las muestras que presentan mejor densificación. Se busca tener un porcentaje de baja porosidad, como es el caso de la muestra sometida a presión de compactación de 750 MPa y llevada a temperatura de sinterizado de 1200 °C. También se muestran las respectivas metalografías que dan evidencia de la presencia de ferrita y martensita, haciendo hincapié en que hay tres zonas visibles de no homogeneidad en la microestructura de la metalografía de las muestras, que se le atribuye a la descarburación durante el ciclo de sinterizado.

Tabla 2- 4: Porcentajes de porosidad de muestras sinterizadas en atmósfera de vacío.

Atmósfera de sinterizado	Presión de compactación [MPa]	Temperatura de sinterizado [°C]	Porcentaje de porosidad [%]	Desviación estándar [%]
Vacío	650	1200	21.89	1.5
Vacío	650	1300	19.19	2.2
Vacío	750	1200	12.81	1.4
Vacío	750	1300	14.87	1.3

- Presión de compactación 650 MPa, temperatura de sinterizado a 1200 °C

Para estas condiciones de fabricación se tiene que hay un proceso de descarburación considerable como se evidencia en la Figura 2- 6, que corresponde al lado derecho (borde de la muestra) e igualmente las partículas no cuentan con una buena difusión, lo que significa que no hubo un buen proceso de sinterización ya que la porosidad es altamente notoria alcanzando valores del 22 %.

Como consecuencia de la descarburación, la presencia de martensita obtenida es baja debido a que no se cuenta con el carbono sobresaturado para su transformación durante el enfriamiento [10], ello se puede apreciar en las micrografías de 1000X de la Figura 2- 7 donde solo se observa ferrita, mientras que en la Figura 2- 7 b y c se observan zonas de bajo contraste asociadas a la martensita por su morfología acicular al ser largas y delgadas.

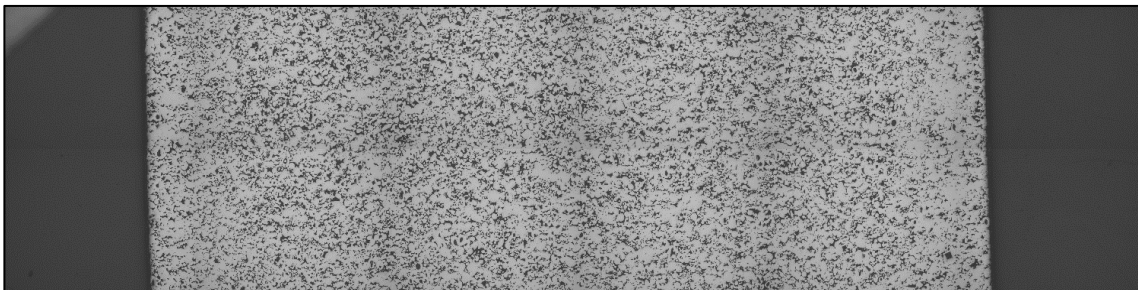


Figura 2- 6: Metalografía de muestra compactada a 650 MPa, temperatura de sinterizado de 1200 °C bajo atmósfera de vacío a 100X.

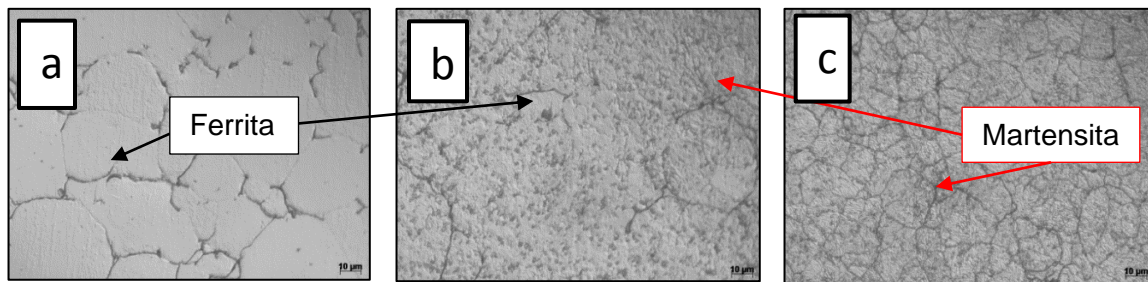


Figura 2- 7: Metalografías de 3 zonas de muestra sometida a presión de compactación de 650 MPa, temperatura de sinterizado 1200 °C bajo atmósfera de vacío a 1000X. (a) borde de la muestra, (b) intermedio de la muestra y (c) centro de la muestra.

- Presión de compactación 650 MPa, temperatura de sinterizado a 1300 °C

Al variar el valor del parámetro de temperatura a 1300 °C, según la Figura 2- 8 hubo reducción del área de la zona de descarburación al observar que los bordes presentan zonas de menor contraste, como es señalado con el recuadro amarillo. La Figura 2- 9 permite identificar que hay presencia de ferrita en el borde, sin embargo, aumentó la distribución de martensita en la zona intermedia y central.

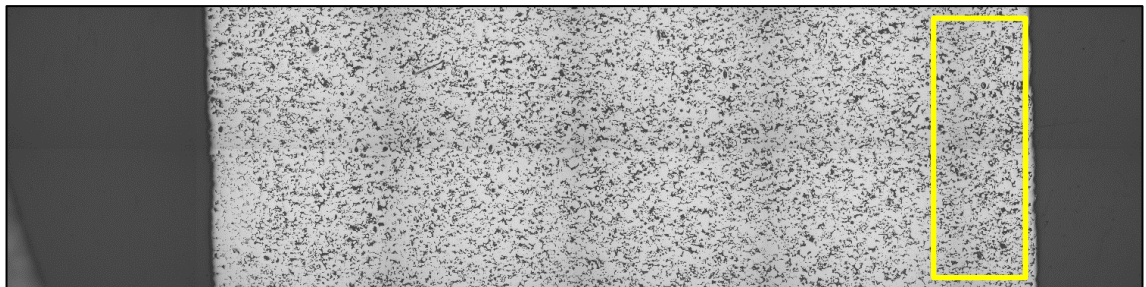


Figura 2- 8: Metalografía de muestra compactada a 650 MPa, temperatura de sinterizado de 1300 °C bajo atmósfera de vacío a 100X.

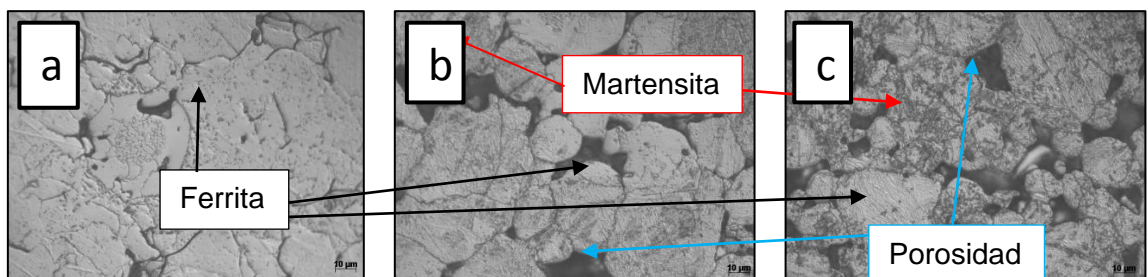


Figura 2- 9: Metalografías de 3 zonas de muestra sometida a presión de compactación de 650 MPa, temperatura de sinterizado 1300 °C bajo atmósfera de vacío a 1000X. (a) borde de la muestra, (b) intermedio de la muestra y (c) centro de la muestra.

- Presión de compactación 750 MPa, temperatura de sinterizado a 1200 °C

Al aumentar la presión de compactación a 750 MPa se tienen resultados con descarburación a nivel superficial de las muestras debido a que al realizar el corte transversal para el análisis metalográfico los bordes presentan zona de mayor contraste.

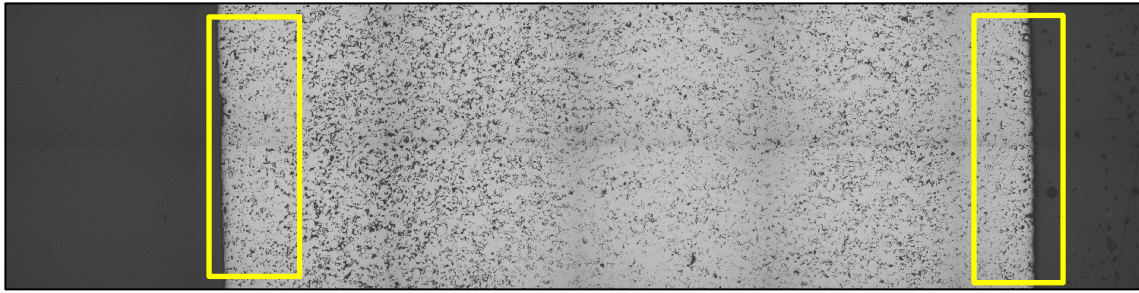


Figura 2- 10: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, temperatura de sinterizado a 1200 °C bajo atmósfera de vacío a 100X.

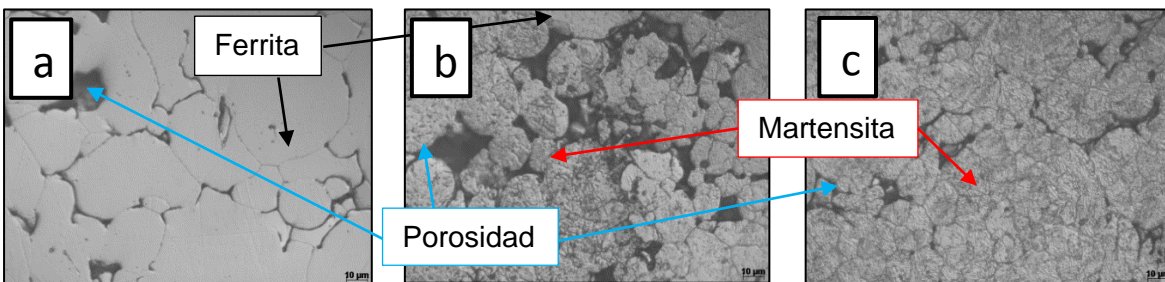


Figura 2- 11: Metalografías de 3 zonas de muestra sometida a presión de compactación de 750 MPa, temperatura de sinterizado 1200 °C bajo atmósfera de vacío a 1000X. (a) borde de la muestra, (b) intermedio de la muestra y (c) centro de la muestra.

- Presión de compactación 750 MPa, temperatura de sinterizado a 1300 °C

Estos parámetros de fabricación generaron favorecimiento en la distribución del tamaño de grano y formación de martensita como se observa en la Figura 2- 13, ya que en las tres metalografías se observan tamaños de grano semejantes con la presencia de láminas aciculares que corresponden a la martensita.

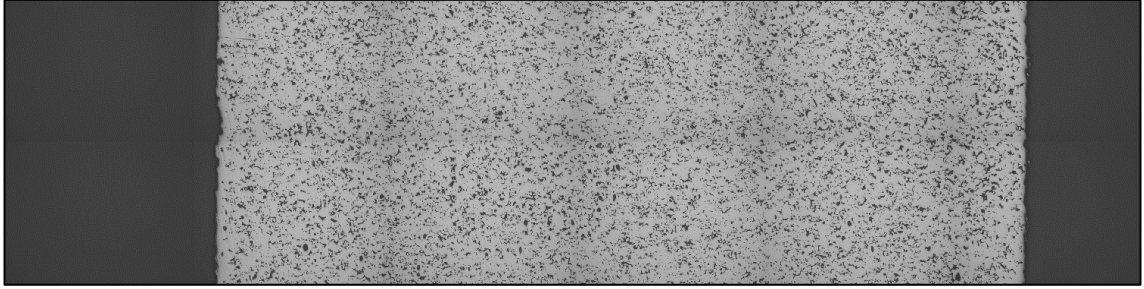


Figura 2- 12: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, temperatura de sinterizado a 1300 °C bajo atmósfera de vacío a 100X.

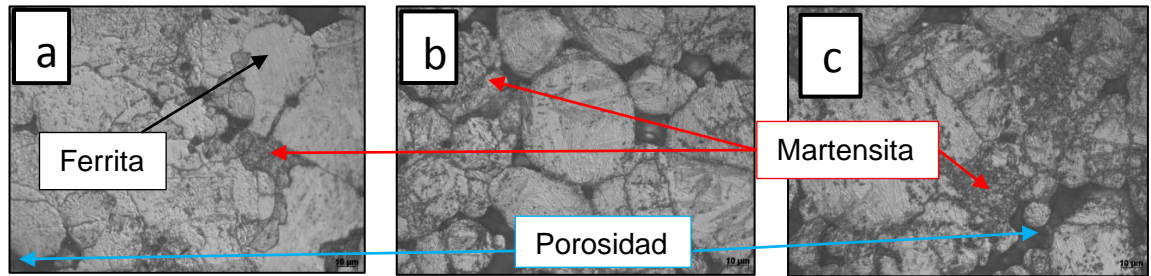


Figura 2- 13: Metalografías de 3 zonas de muestra sometida a presión de compactación de 750 MPa, temperatura de sinterizado 1300 °C bajo atmósfera de vacío a 1000X. (a) borde de la muestra, (b) intermedio de la muestra y (c) centro de la muestra.

A partir de los resultados presentados se encuentra que hay una variación en los valores de porosidad, teniendo que el proceso de fabricación de presión de compactación de 750 MPa a 1200 °C ofrece baja porosidad (13 %). No obstante, en cuanto a la microestructura se tiene que la muestra fabricada bajo presión de compactación de 750 MPa y sinterizada a 1300 °C presenta una distribución homogénea de martensita a pesar de su porcentaje de porosidad de 14.87 %, sin embargo, no se logra una microestructura homogénea con la presencia de martensita.

2.3.2 Atmósfera control de argón

A diferencia de los resultados obtenidos bajo la atmósfera de vacío, las metalografías de las muestras sinterizadas con atmósfera control de argón revelan que solo para una observación del diseño factorial 2^k (ver Tabla 1- 1), se da la descarburación en las muestras compactadas a 750 MPa con temperatura de sinterizado de 1200°C. Igualmente, se observa la presencia de ferrita y martensita en la microestructura. La Tabla 2- 5 resume los valores de porosidad después del sinterizado.

Tabla 2- 5: Porcentaje de porosidad de muestras sinterizadas en atmósfera control de argón.

Atmósfera de sinterizado	Presión de compactación [MPa]	Temperatura de sinterizado [°C]	Porcentaje de porosidad [%]	Desviación estándar [%]
Argón	650	1200	17.33	2.3
Argón	650	1300	15.96	1.2
Argón	750	1200	14.47	1.6
Argón	750	1300	13.13	0.9

- Presión de compactación 650 MPa, temperatura de sinterizado a 1200 °C

Se logra el control del fenómeno de la descarburación, sin embargo, no hay un proceso de difusión en las partículas del borde de la muestra lo que conlleva a una alta porosidad. Aun así, se alcanza una formación notoria de martensita en la microestructura al estar distribuida homogéneamente [10], como se aprecia en la Figura 2- 14 y la Figura 2- 15.

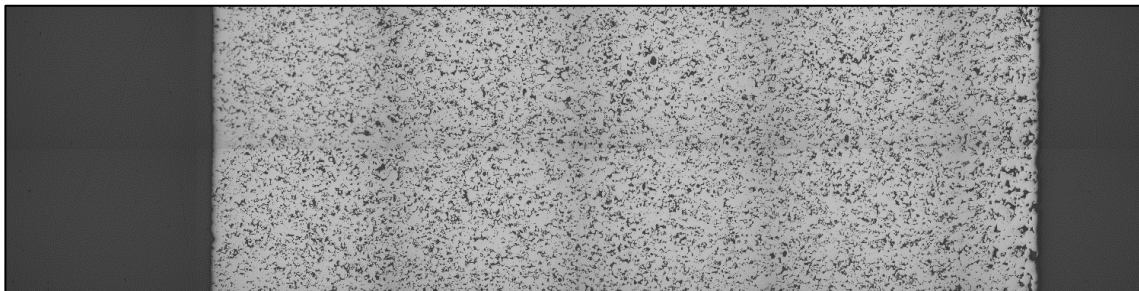


Figura 2- 14: Metalografía de muestra compactada a 650 MPa, temperatura de sinterizado de 1200 °C bajo atmósfera control de argón.

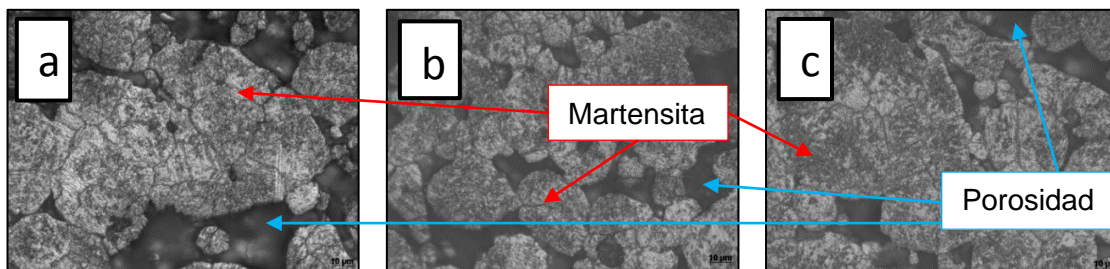


Figura 2- 15: Metalografías de 3 zonas de muestra sometida a presión de compactación de 650 MPa, temperatura de sinterizado 1200 °C bajo atmósfera control de argón a 1000X. (a) borde de la muestra, (b) intermedio de la muestra y (c) centro de la muestra.

- Presión de compactación 650 MPa, temperatura de sinterizado a 1300 °C

Se siguen manteniendo las condiciones deseadas, correspondientes a una distribución microestructural homogénea y la formación de martensita al tener láminas aciculares junto con la formación de granos grandes, como lo muestra la Figura 2- 16 y la Figura 2- 17 respectivamente.

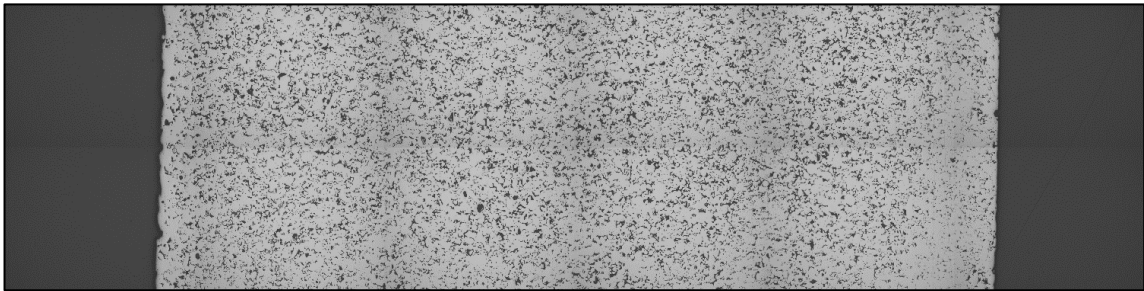


Figura 2- 16: Metalografía de muestra compactada a 650 MPa, temperatura de sinterizado de 1300 °C bajo atmósfera control de argón.

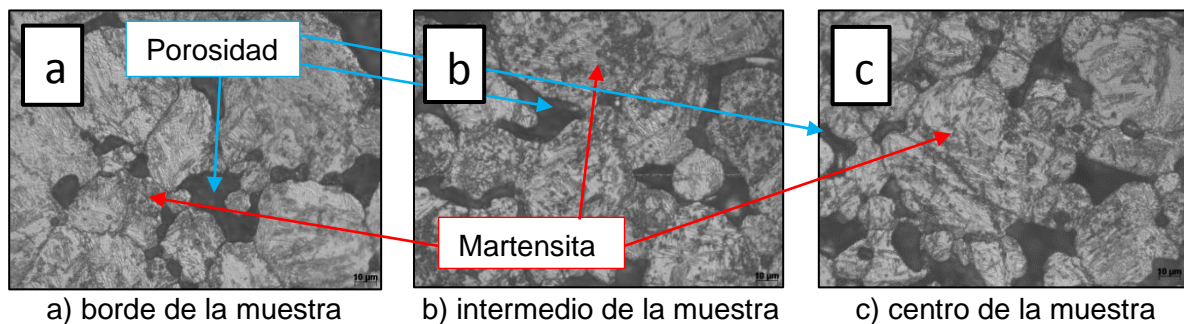


Figura 2- 17: Metalografías de 3 zonas de muestra sometida a presión de compactación de 650 MPa, temperatura de sinterizado 1300 °C bajo atmósfera control de argón a 1000X. (a) borde de la muestra, (b) intermedio de la muestra y (c) centro de la muestra.

- Presión de compactación 750 MPa, temperatura de sinterizado a 1200 °C

Únicamente para el sinterizado con atmósfera control de argón bajo estos parámetros se presenta una alta descarburación, como se aprecia en la Figura 2- 18 en el borde izquierdo. En la zona central alcanzan a formarse tamaños de grano más grandes respecto a las demás observaciones (ver Tabla 1- 1).

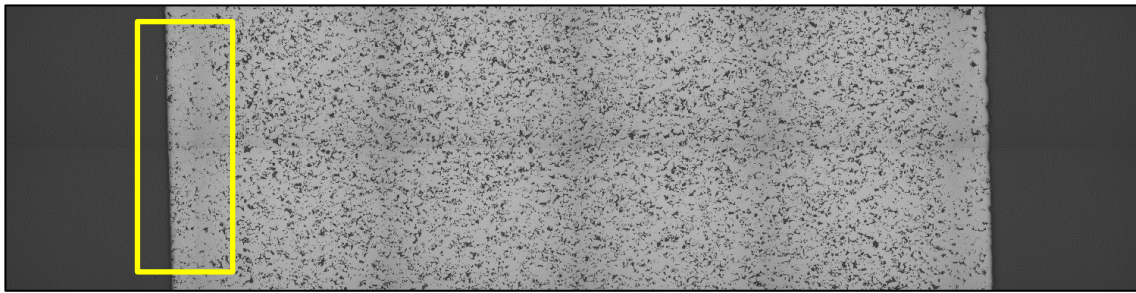


Figura 2- 18: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, temperatura de sinterizado de 1200 °C bajo atmósfera control de argón.

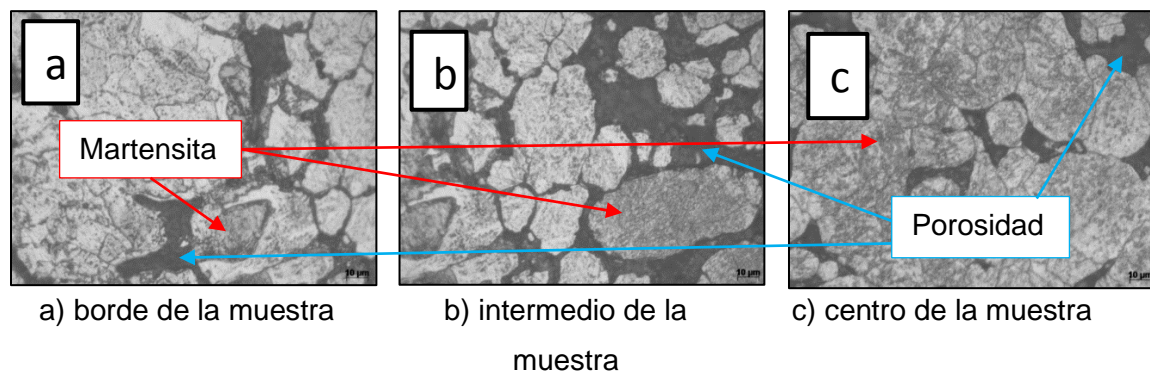


Figura 2- 19: Metalografías de 3 zonas de muestra sometida a presión de compactación de 750 MPa, temperatura de sinterizado 1200 °C bajo atmósfera control de argón a 1000X. (a) borde de la muestra, (b) intermedio de la muestra y (c) centro de la muestra.

- Presión de compactación 750 MPa, temperatura de sinterizado a 1300 °C

La muestra analizada deja evidencia de que hay un bajo porcentaje de descarburación como lo muestra la Figura 2- 21 con la presencia de martensita, pues gracias a la sobresaturación del carbono se cuenta con la fase metaestable al enfriarse.

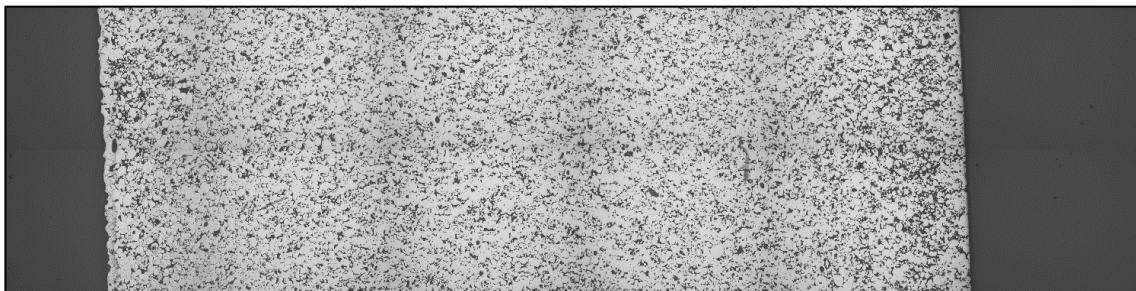


Figura 2- 20: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, temperatura de sinterizado de 1300 °C bajo atmósfera control de argón.

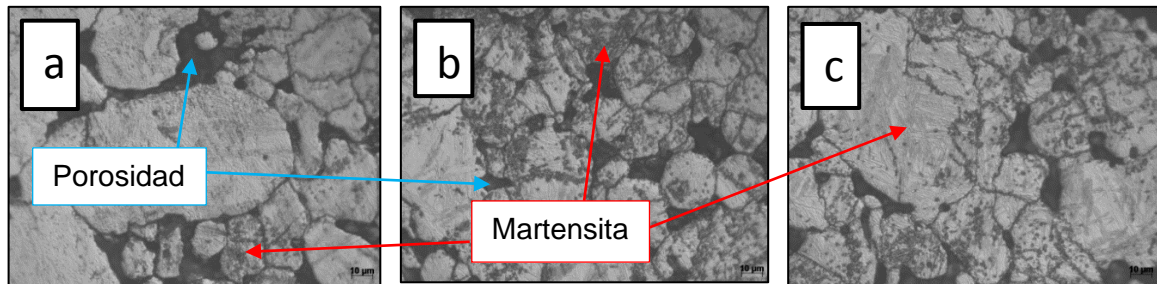


Figura 2- 21: Metalografías de 3 zonas de muestra sometida a presión de compactación de 750 MPa, temperatura de sinterizado 1300 °C bajo atmósfera control de argón a 1000X. (a) borde de la muestra, (b) intermedio de la muestra y (c) centro de la muestra. (a) borde de la muestra, (b) intermedio de la muestra y (c) centro de la muestra.

Con los resultados de análisis metalográfico de las muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío y atmósfera control de argón, se observa que con la última se obtuvo mayor porcentaje de martensita y que para la condición de presión de compactación 750 MPa y temperatura de sinterizado de 1300 °C bajo atmósfera control de argón se redujo la porosidad con respecto a la de vacío, 13.13 % y 14.87 % respectivamente.

Por otra parte, en concordancia con el diagrama de fases planteado por Randall (ver Figura 2- 22), dependiendo del porcentaje de contenido de carbono a una temperatura dada se obtendrá fase líquida, ferrita, austenita o carburos. Por lo que con las condiciones de temperatura de 1200 °C y 1300 °C se forma fase líquida y austenita que por su enfriamiento permite obtener carburos de hierro.

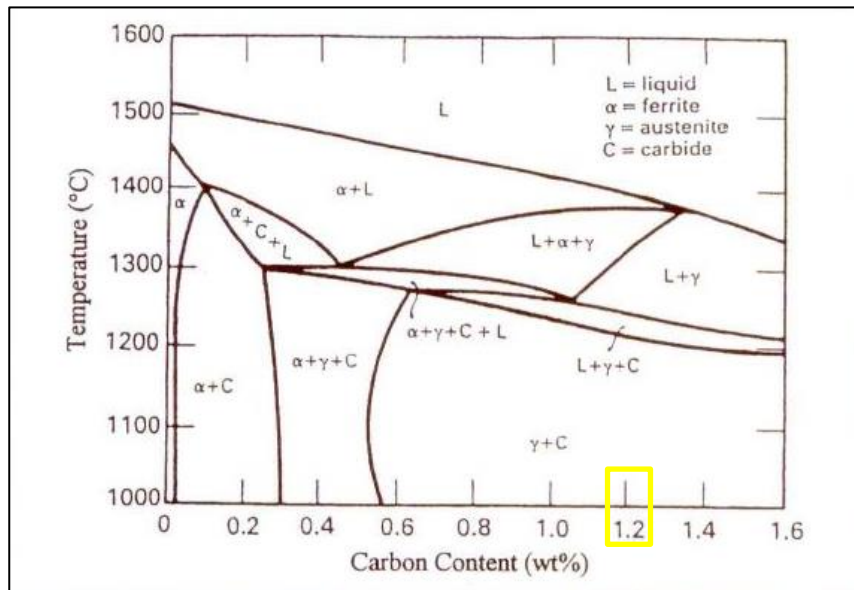


Figura 2- 22: Diagrama de fases binario del acero para herramientas M2 [7]. Se indica en amarillo el porcentaje de carbono del acero producido.

2.4 Propiedades mecánicas

2.4.1 Dureza

El ensayo de microdureza se realizó con el medidor de dureza universal, empleando un indentador de punta piramidal de diamante con ángulo base de 136° y aplicando una carga de 500 g-f, según el estándar ASTM E384 [12]. A cada una de las 8 muestras se les tomaron 15 mediciones de indentación para las tres diferentes zonas identificadas en las metalografías. Las siguientes tablas contienen los valores promedio de las mediciones de la zona de borde, zona intermedia y zona central para las muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío y argón:

Tabla 2- 6: Valores de dureza promedio del borde de las muestras sinterizadas con atmósfera de vacío Fase I.

Muestra				Dureza promedio [HV]	Desviación estándar [HV]
1	650	1200	Vacío	83	8.50
2	650	1300	Vacío	284	98.33
3	750	1200	Vacío	84	15.14
4	750	1300	Vacío	186	31.24

Tabla 2- 7: Valores de dureza promedio del borde de las muestras sinterizadas con atmósfera control de argón Fase I.

Muestra				Dureza promedio [HV]	Desviación estándar [HV]
1	650	1200	Argón	367	93.93
2	650	1300	Argón	393	96.70
3	750	1200	Argón	121	20.98
4	750	1300	Argón	156	36.32

Tabla 2- 8: Valores de dureza promedio de zona intermedia de las muestras sinterizadas con atmósfera de vacío Fase I.

Muestra				Dureza promedio [HV]	Desviación estándar [HV]
1	650	1200	Vacío	100	9.19
2	650	1300	Vacío	350	103.31
3	750	1200	Vacío	335	151.40
4	750	1300	Vacío	474	31.55

Tabla 2- 9: Valores de dureza promedio de zona intermedia de las muestras sinterizadas con atmósfera control de argón Fase I.

Muestra				Dureza promedio [HV]	Desviación estándar [HV]
1	650	1200	Argón	372	58.73
2	650	1300	Argón	478	14.18
3	750	1200	Argón	347	59.78
4	750	1300	Argón	378	131.99

Tabla 2- 10: Valores de dureza promedio de zona central de las muestras sinterizadas con atmósfera de vacío Fase I.

Muestra				Dureza promedio [HV]	Desviación estándar [HV]
1	650	1200	Vacío	274	39.07
2	650	1300	Vacío	389	108.60
3	750	1200	Vacío	382	76.82
4	750	1300	Vacío	454	57.71

Tabla 2- 11: Valores de dureza promedio de zona central de las muestras sinterizadas con atmósfera control de argón Fase I.

Muestra				Dureza promedio [HV]	Desviación estándar [HV]
1	650	1200	Argón	339	56.66
2	650	1300	Argón	387	73.35
3	750	1200	Argón	284	58.50
4	750	1300	Argón	454	32.14

Analizando los valores de dureza obtenidos se colige que, gracias a la presencia de martensita, la zona central de las muestras ofrece los valores de dureza más altos en comparación con el borde que al no contar con dicha fase reduce la dureza. También se evidencia que, para muestras con valores de porosidad alta al no cerrarse por la ausencia de intercambio de masa, como el caso de las muestras compactadas a 650 MPa que tienen porosidad de 22 % y 17.33 % para atmósfera de vacío y atmósfera control de argón respectivamente, los valores de dureza obtenidos son los más bajos.

2.4.2 Ensayo de flexión transversal TRS

Otra propiedad mecánica de análisis de un acero para herramientas de corte es determinar cuál es su resistencia a la flexión transversal, ya que la herramienta va a estar sometida a flexión durante las operaciones de mecanizado. Es por lo que se lleva a cabo la realización del ensayo de flexión transversal cuyo objetivo es evaluar el comportamiento del acero para herramientas tipo M fabricado por vía pulvimetalúrgica al aplicarle una carga transversal generando esfuerzos a flexión y de igual manera analizar la superficie de falla en función de su fragilidad. La razón por la que se realizó el ensayo de flexión a tres puntos como sustituto del ensayo de tracción, es que al ser frágil el acero es difícil su sujeción para el ensayo [17].

El procedimiento usado fue el presentado en el estándar ASTM B528-16 [11], [18], en el que cada muestra prismática se posicionó sobre dos cilindros separados de centro a centro con una distancia de 16.80 mm, el tercer cilindro se colocó en la parte superior de la muestra, de manera que quedara centrado, como se muestra en el esquema de la Figura 2- 23, resultando entonces la superficie superior de la muestra prismática sometida a esfuerzos de compresión, mientras que la superficie inferior está sometida a esfuerzos de tracción [19]. Los resultados del ensayo están registrados en la Tabla 2- 12 y Tabla 2- 13

donde se evidencia que la condición de presión de compactación a 750 MPa y temperatura de sinterizado de 1300 °C bajo atmósfera de vacío ofrece la mayor resistencia a flexión.

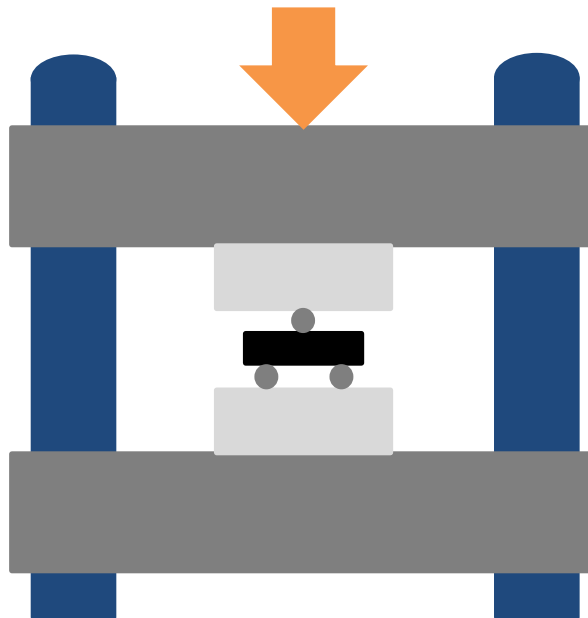


Figura 2- 23: Esquema de ensayo de flexión transversal a muestras prismáticas rectangulares.

Tabla 2- 12: Valores de la resistencia a flexión de muestras prismáticas sinterizadas con atmósfera de vacío Fase I.

Muestra	Presión de compactación [MPa]	Temperatura [°C]	Atmósfera	Fuerza [N]	TRS [MPa]	Desviación estándar [MPa]
1	650	1200	Vacío	11787.50	694.67	257.51
2	650	1200	Vacío	17470.50	1058.84	
3	650	1300	Vacío	17255.30	1075.45	71.79
4	650	1300	Vacío	19015.00	1176.98	
5	750	1200	Vacío	14278.40	859.98	149.60
6	750	1200	Vacío	18078.50	1071.54	
7	750	1300	Vacío	22878.90	1400.41	79.89
8	750	1300	Vacío	24801.00	1513.40	

Tabla 2- 13: Valores de la resistencia a flexión de muestras prismáticas sinterizadas con atmósfera control de argón Fase I.

Muestra	Presión de compactación [MPa]	Temperatura [°C]	Atmósfera	Fuerza [N]	TRS [MPa]	Desviación estándar [MPa]
1	650	1200	Argón	14582.40	879.68	11.99
2	650	1200	Argón	14298.00	862.72	
3	650	1300	Argón	16494.70	993.46	50.07
4	650	1300	Argón	17955.90	1064.28	
5	750	1200	Argón	19240.60	1200.51	115.85
6	750	1200	Argón	16690.90	1036.67	
7	750	1300	Argón	19005.20	1183.98	50.39
8	750	1300	Argón	17892.00	1112.71	

Por otra parte, el efecto de la atmósfera control sobre la resistencia a la flexión transversal radica en que con una atmósfera de vacío se tiene mayor resistencia llegando a un máximo de 1513.4 MPa. Ahora, es evidente que, a presiones de compactación de 750 MPa, es decir mayor presión de compactación, se tienen también valores de resistencia altos gracias al factor de empaquetamiento que facilita el cierre de porosidad durante el sinterizado. En cuanto a la superficie de falla, se tiene el mismo comportamiento para las muestras sinterizadas tanto para la atmósfera de vacío y la atmósfera control de argón, que corresponde a modo de falla por clivaje y macroscópicamente se observa que la superficie es brillante por lo que se ratifica que la falla es tipo frágil debido a las roturas sucesivas y repetitivas (ver Figura 2- 24).

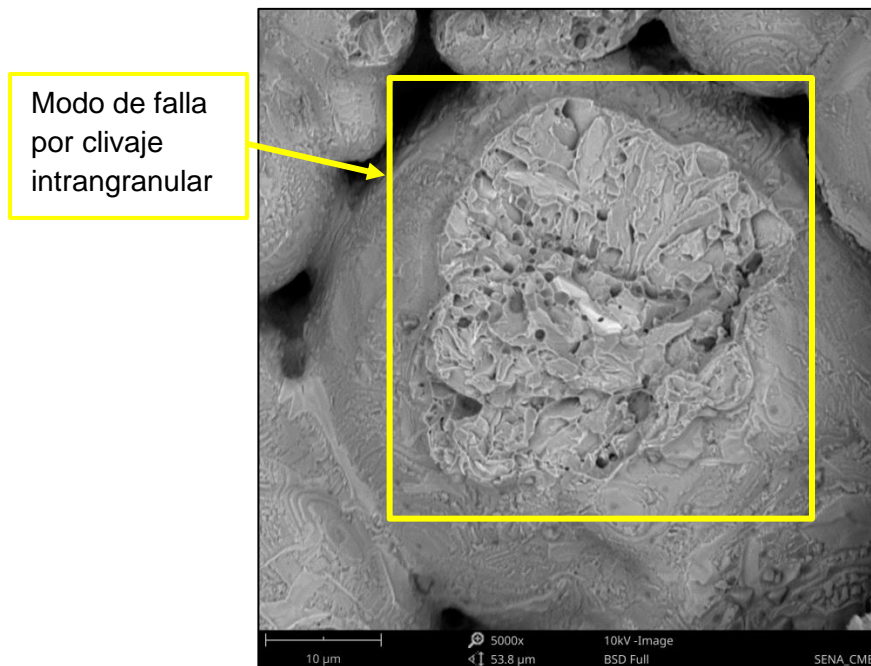


Figura 2- 24: Imagen SEM de muestra sometida a presión de compactación de 750 MPa, temperatura de sinterizado de 1200 °C bajo atmósfera de control de argón, a 5000X con modo de falla por clivaje.

2.4.3 Ensayo de desgaste

El ensayo de desgaste se realizó bajo el estándar ASTM G65 – 16 [14]. Cada una de las muestras fue previamente pulida garantizando que la superficie quede plana para que el contacto con la rueda de desgaste fuese tangencial. El ensayo se realizó con la máquina de ensayos de desgaste ubicada en el laboratorio de fundición y pulvimetalurgia, el montaje requirió de la adaptación de mordazas laterales con una variación geométrica en el centro para dar un ajuste de acuerdo con el diámetro de las muestras. Así mismo se tuvo en cuenta que una vez posicionadas las muestras de manera vertical, tuviesen un contacto tangencial con la rueda de goma como se aprecia en la Figura 2- 25. La arena usada tenía una granulometría de 80 µm, ver Figura 2- 26. Los resultados de pérdida volumétrica se registran en la Tabla 2- 14.



Figura 2- 25: Montaje de muestra después de ensayo de desgaste.

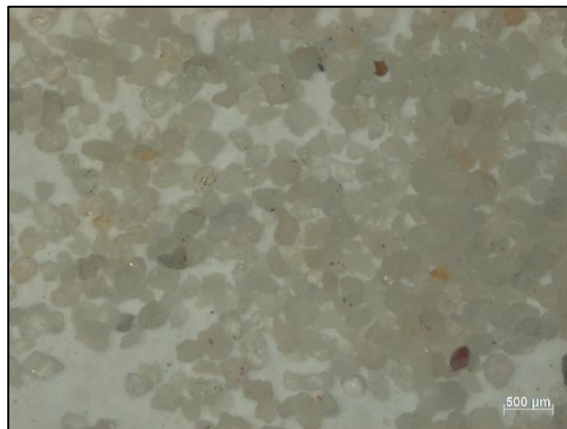


Figura 2- 26: Microscopia óptica de arena usada en ensayo de desgaste a 100X.

Tabla 2- 14: Resultados de ensayo a desgaste realizado a muestras sinterizadas bajo la atmósfera de vacío.

Presión de compactación [MPa]	Temperatura de sinterizado [°C]	Atmósfera	Volumen promedio perdido [mm ³]	Desviación estándar [mm ³]
650	1200	Vacío	24.07	5.52
650	1300	Vacío	15.70	2.32
750	1200	Vacío	31.24	6.06
750	1300	Vacío	27.12	3.04

Tabla 2- 15: Resultados de ensayo a desgaste realizado a muestras sinterizadas bajo la atmósfera de argón.

Presión de compactación [MPa]	Temperatura de sinterizado [°C]	Atmósfera	Volumen promedio perdido [mm ³]	Desviación estándar [mm ³]
650	1200	Argón	14.81	10.49
650	1300	Argón	24.72	4.83
750	1200	Argón	16.26	9.09
750	1300	Argón	18.24	3.04

A partir de la Figura 2- 27 y Figura 2- 28 se evidencia que el desgaste del material es abrasivo con deformaciones plásticas debido a las huellas que quedaron en la superficie señalado por el recuadro amarillo. El procedimiento de construcción de la huella de desgaste se realizó con el fin de tener el perfil de huella y el valor de la rugosidad de la muestra después de haber realizado el ensayo, para su obtención se inicia con la delimitación del área de estudio y luego se trazan cuatro líneas horizontales de tal manera que queden paralelas entre sí y luego se obtiene el valor promedio.

Con la reconstrucción de las huellas de desgaste mostradas en la Figura 2- 29 se tiene una rugosidad de 2.09 μm para la muestra fabricada con presión de compactación de 650 MPa, sinterizada a 1200 °C bajo atmósfera de vacío, para la muestra fabricada con presión de compactación de 650 MPa, sinterizada a 1300 °C bajo atmósfera de vacío una rugosidad de 5.18 μm y para las muestras con presión de compactación de 750 MPa sinterizadas a 1200 °C y 1300 °C bajo atmósfera de vacío tienen una rugosidad de 1.30 μm y 10.06 μm respectivamente.

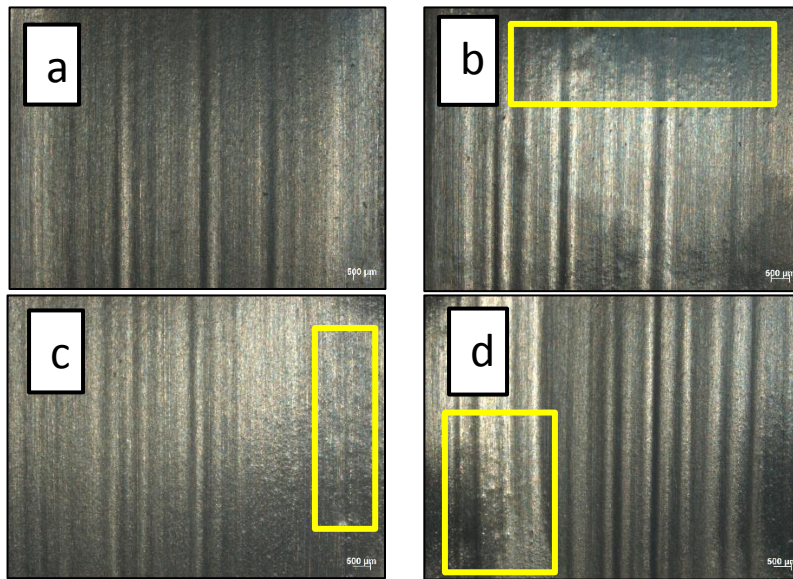


Figura 2- 27: Imágenes de microscopía óptica de muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío sometidas al ensayo de desgaste. (a) 650 MPa - 1200 °C – vacío, (b) 650 MPa - 1300 °C – vacío, (c) 750 MPa - 1200 °C – vacío y (d) 750 MPa - 1300 °C – vacío.

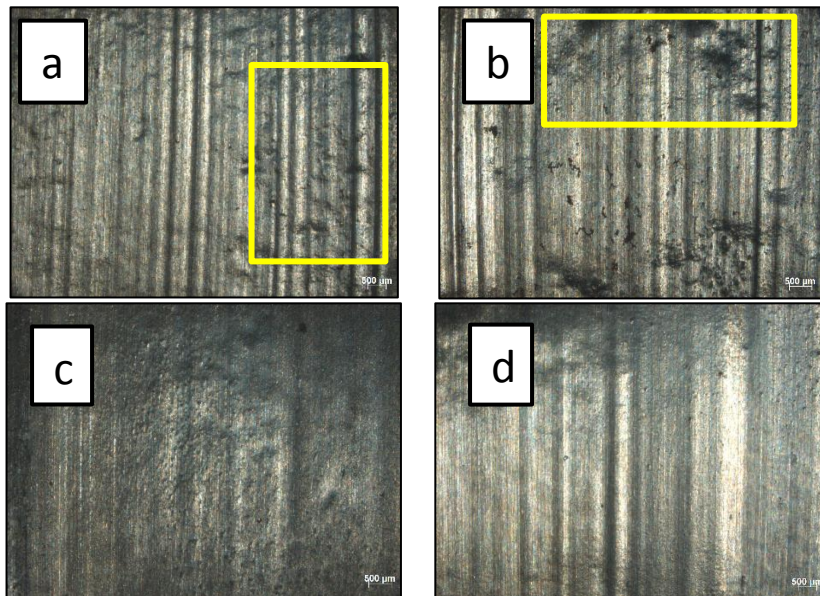


Figura 2- 28: Imágenes de microscopía óptica de muestras sinterizadas bajo atmósfera control de argón sometidas al ensayo de desgaste. (a) 650 MPa - 1200 °C – argón, (b) 650 MPa - 1300 °C – argón, (c) 750 MPa - 1200 °C – argón y (d) 750 MPa - 1300 °C - argón

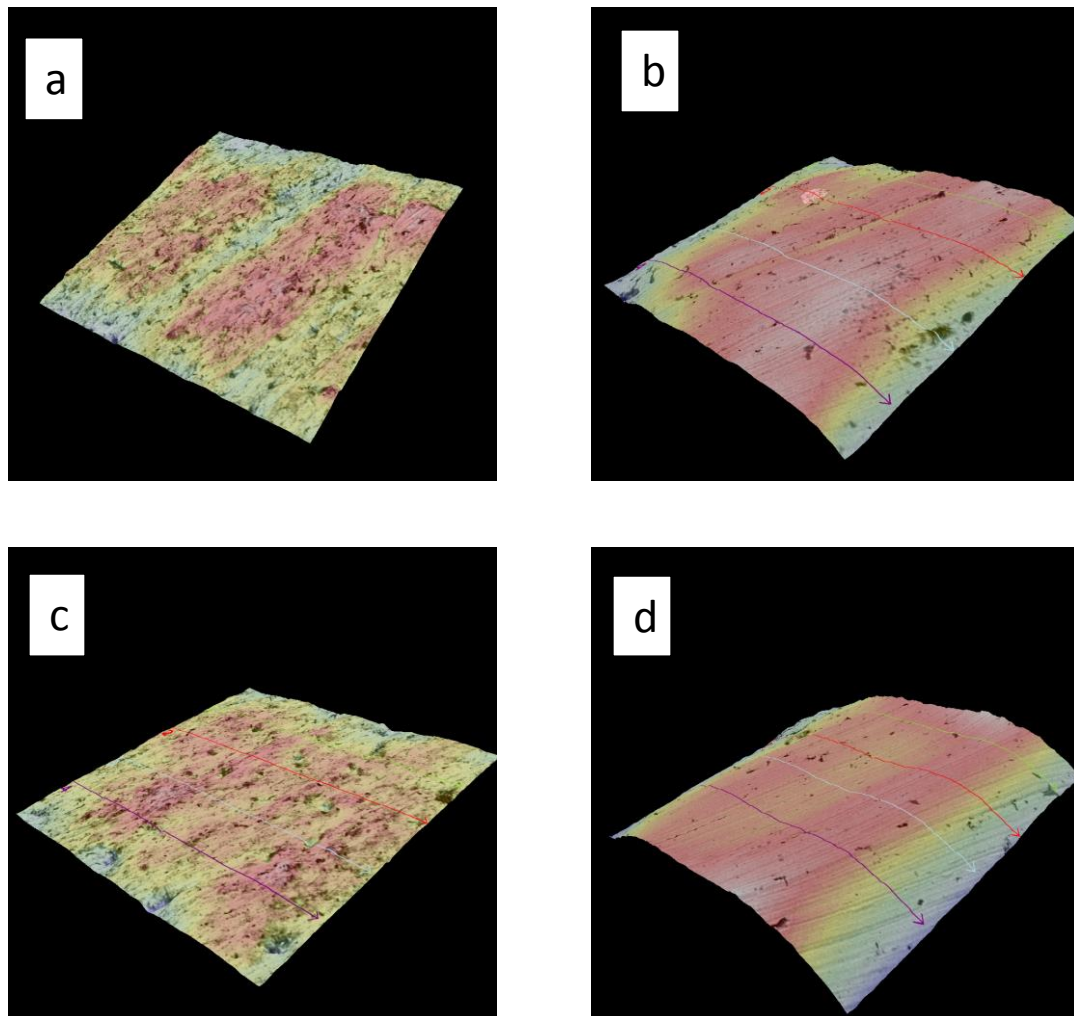


Figura 2- 29: Reconstrucción en SEM de huellas de desgaste de muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío. (a) 650 MPa - 1200 °C, (b) 650 MPa - 1300 °C, (c) 750 MPa - 1200 °C y (d) 750 MPa - 1300 °C.

Por otro lado, acorde a la reconstrucción del perfil de superficies que se aprecia en la Figura 2- 30, las muestras fabricadas bajo atmósfera control de argón con presión de compactación de 650 MPa y temperaturas de sinterizado de 1200 °C y 1300 °C tienen rugosidades superficiales de 3.71 μm y 3.56 μm , respectivamente. Para las muestras fabricadas con presión de compactación de 750 MPa, y temperatura de sinterizado de 1200 °C y 1300 °C, se tienen rugosidades superficiales de 2.25 μm y 4.07 μm , respectivamente.

Los análisis de porosidad, densidad de sinterizado, microestructura y dureza realizados a lo largo de este capítulo permiten realizar una mejor interpretación de las propiedades tribológicas del acero fabricado. Teniendo entonces que la menor pérdida volumétrica se da para las muestras con valores de dureza altos como es el caso de la muestra fabricada

bajo presión de compactación de 650 MPa, temperatura de sinterizado de 1300 °C y sinterizada bajo atmósfera de vacío (ver Tabla 2- 6). Sin embargo, para las muestras sinterizadas bajo la misma atmósfera, pero sometidas a presión de compactación de 750 MPa y sinterizadas a 1200 °C presentan porosidades bajas conllevando a pérdidas volumétricas altas así se cuenta con valores de dureza bajos.

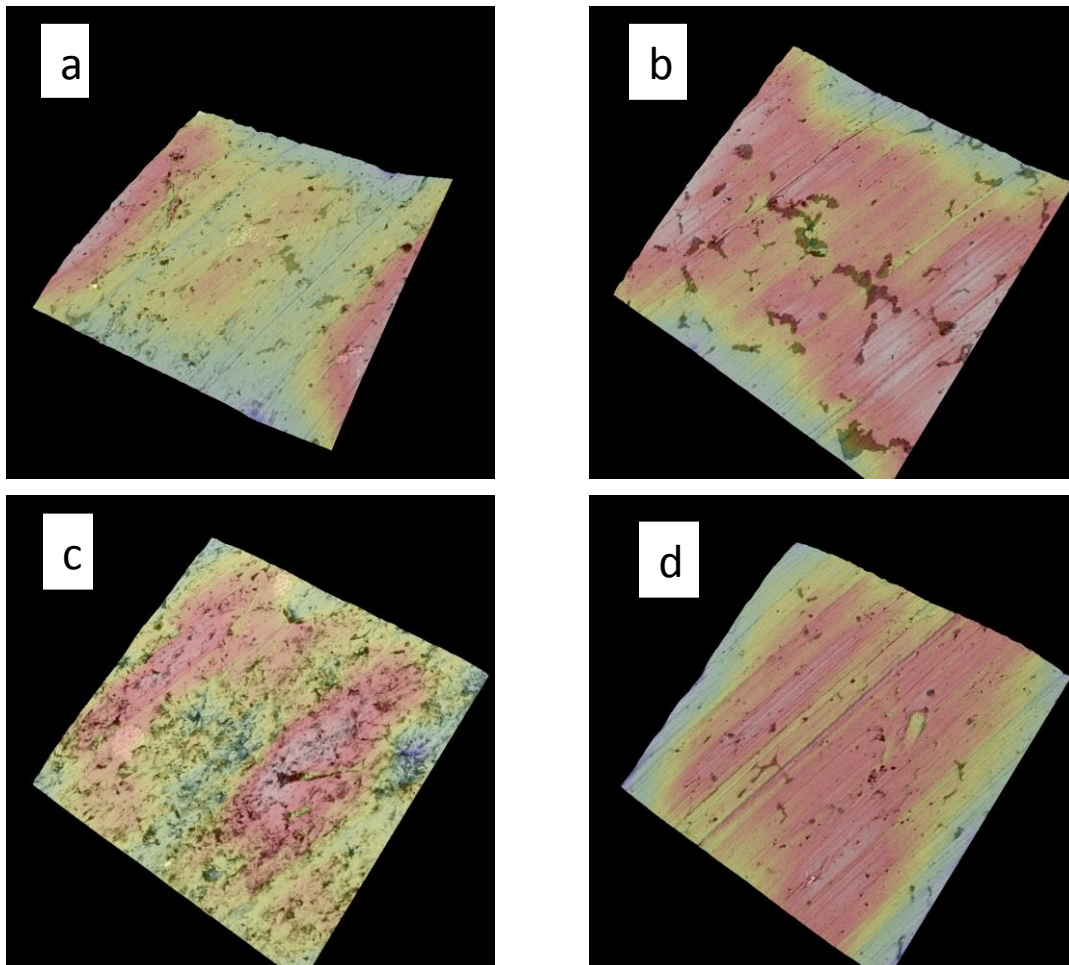


Figura 2- 30: Reconstrucción en SEM de huellas de desgaste de muestras sinterizadas bajo atmósfera control de argón (a) 650 MPa - 1200 °C, (b) 650 MPa - 1300 °C, (c) 750 MPa - 1200 °C y (d) 750 MPa - 1300 °C.

Al analizar los resultados de pérdida volumétrica se relaciona que al tener alta dureza en el borde de las muestras se tiene como consecuencia la menor pérdida volumétrica ofreciendo entonces una buena calidad en la resistencia al desgaste, lo anterior debido a la presencia de martensita y porosidades altas. A modo de ejemplo se tiene la muestra compactada a 650 MPa, llevada a temperatura de sinterizado de 1300 °C bajo atmósfera

control de argón que tiene una dureza en el borde de 393 HV, porosidad de 15.96 % y pérdida volumétrica de 24.72 mm³ (ver Tabla 2- 5, Tabla 2- 7 y Tabla 2- 15).

2.5 Discusión de resultados

2.5.1 Propiedades físicas (densidad)

A partir de los resultados registrados en la Tabla 2- 1 se evidencia que con una presión de compactación de 750 MPa se alcanza la mayor densidad con un promedio de 6.66 g/m³, diferente al valor de 650 MPa que alcanza una densidad de 6.44 g/m³ confirmando que a mayores presiones de compactación se tendrán mayores valores de densidad aparente del material en verde. Al compararse la densidad aparente en verde de 6.66 g/cm³ con la densidad del sólido del acero convencional cuyo valor es de 8.14 g/m³, se concluye que cuando se genera una presión de compactación de 750 MPa la densidad en verde alcanzada equivale al 81 %.

Al evaluar los resultados de la densidad de sinterizado registrados en la Tabla 2- 2, se evidencia una mejora en los valores alcanzados como consecuencia de la densificación generada durante el proceso de difusión logrando evidenciar una coalescencia de las partículas. Los valores de densidad de sinterizado bajo la atmósfera de vacío y la atmósfera control de argón no presentan una variación notoria entre sí, e igualmente ocurre con la variación de la temperatura de sinterizado. S. Eroglu (2010), en su trabajo afirma que la densidad del sólido (densidad de sinterizado) se alcanza con una presión de compactación de 392 MPa y temperaturas de sinterizado entre 1250 °C y 1260 °C [20], a pesar de tener densidades en verde alrededor de 5.9 g/cm³.

Confirmando entonces que las muestras sinterizadas a 1200 °C y 1300 °C alcanzan los valores de densidad del sólido sinterizado total (6.9 g/cm³), como lo demostró S. Eroglu [20], con la salvedad de que con una presión de compactación mayor (750 MPa) se alcanza la densidad del sólido total. Por lo tanto, la temperatura de sinterizado es la que permitirá alcanzar los valores de densidad del sólido cercanos a los aceros fabricados por otros procesos, esto asociado a los procesos de sinterización en fase sólida y líquida para poder generar un proceso de difusión donde se da la coalescencia y engrosamiento del grano durante la isoterma.

Adicionalmente, Z.Y. Liu et al (2000), en su investigación sobre los efectos de la atmósfera de sinterizado, tasa de calentamiento, temperatura de sinterizado y tiempo de sinterizado concluyeron que para la atmósfera de vacío se obtiene una mejor densificación contrario a los efectos de sinterizar bajo atmósfera control de nitrógeno [7]. Con los resultados obtenidos durante los experimentos de esta investigación se observa que la densidad de sinterizado utilizando atmósfera de vacío y atmósfera control de argón alcanza valores similares a 6.9 g/cm^3 . Se logra evidenciar que con la atmósfera control de argón bajo las condiciones de fabricación establecidas mejoran los valores de la densidad del sólido logrando avanzar en los procesos de fabricación por vías pulvimetalúrgicas. A partir de lo anterior, se confirma lo que Q. J. Hu et al encontraron en su trabajo el cuál se resume a que la temperatura de sinterizado óptima para la sinterización del acero M2 pulvimetalúrgico es $1300 \text{ }^\circ\text{C}$ con atmósfera control de argón [21].

Es claro que la sinterización en fase sólida favoreció los valores de densidad del sólido en función de los parámetros de fabricación utilizados bajo la presión de compactación de 750 MPa y 650 MPa , además de la temperatura de sinterizado a $1300 \text{ }^\circ\text{C}$ y $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ bajo atmósfera de vacío y atmósfera control de argón. Sin embargo, los porcentajes de porosidad presentan valores diferentes, lo cual se atribuye a los siguientes fenómenos:

- La presión de compactación: esta variable influye drásticamente cuando la muestra está en verde (antes de sinterización), ya que como se observó en las micrografías de SEM la morfología no es homogénea, luego a mayor presión de compactación la densidad aparente se reduce, ya que algunos espacios vacíos se reducen conforme aumenta la presión de compactación. A modo de ejemplo se comparan los valores de las muestras compactadas a 650 MPa a temperatura de sinterizado de $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ bajo atmósfera de vacío con las muestras compactadas a 750 MPa a temperatura de sinterizado de $1300 \text{ }^\circ\text{C}$ bajo la misma atmósfera teniendo porosidad de 21.89% y 14.87% respectivamente.
- Temperatura de sinterizado: El tiempo, temperatura y sostenimiento puede generar fenómenos de sinterización en fase sólida o líquida. Para la sinterización en fase sólida se generan puentes de unión mediante difusión de átomos entre partículas de la austenita que se forma a partir del polvo de partida logrando acelerarse a medida que se genera el contacto entre las partículas como se observó en los experimentos el proceso de sinterización en fase sólida, que se genera en el

intervalo entre 1100 °C y 1250 °C. Durante el proceso de difusión en estado sólido se produce una contracción en las piezas cilíndricas como se evidencia en el cambio del volumen de la muestra final, que fue alrededor del 9 % para las muestras sinterizadas bajo atmósfera control de argón.

La sinterización en fase líquida se produce en el intervalo entre 1250 °C – 1432 °C, teniendo presente que la temperatura de fusión del material fabricado está en 1432 °C, lo cual ha implicado en las muestras fabricadas la formación de una fase líquida la cual es asociada a la austenita que permite la unión de los granos de las fases en estado sólido. La afinidad química entre la fase líquida y sólida es determinante según los procesos de difusión que se generan cuando se va formando la aleación y se ve revelado en el proceso final de densificación y crecimiento de grano.

- La atmósfera del proceso: La atmósfera es fundamental para obtener buenas calidades de sinterizado, es importante como se observa en los resultados, trabajar en vacío ya que sirve para controlar los procesos carburado y descarburado. Por otro lado, la presencia de atmósfera inerte como el argón que se ha utilizado como control, inhibe la densificación debido a que el argón atrapado estabiliza los poros cerrados. Pero parte del argón queda atrapado en los poros que no alcanzan a cerrar debido a que la solubilidad de este gas es bastante baja frenando el proceso de coalescencia entre las partículas.
- La resistencia a la flexión: está asociada a la sinterización en fase líquida, ya que la presencia de la austenita en fase líquida puede generar la segregación de carburos frágiles en límite de grano implicando una rotura intergranular. El otro tipo de falla asociado es la de clivaje por rotura intragranular como se observa en la Figura 2- 24. De ese tipo de fallas es que depende la resistencia máxima a la flexión transversal, la propagación de grieta debido a la porosidad puede tener la dominancia de una fractura intergranular al ser más duros los carburos, haciendo más fácil su propagación.

2.5.2 Propiedades microestructurales

A partir de las metalografías, de la sección 2.3, se pueden analizar características como el si hay homogeneidad o no en la distribución de las fases, la porosidad y formación de

carburos. Por lo tanto, al analizar las muestras sinterizadas bajo atmósfera de control de argón se encuentra que es la que presenta una mejor homogeneidad de la distribución de fases, ya que el argón atrapado genera estabilización de los poros cerrados y se disminuye el efecto de descarburación superficial en las muestras debido a la capacidad de arrastre que se genera cuando se introduce el gas alrededor de los 900°C.

Diferente a los resultados para la atmósfera de vacío que muestra mayor área de descarburación y heterogeneidad en la microestructura. Un caso claro es la metalografía de la Figura 2- 17 correspondiente a la muestra obtenida por presión de compactación de 650 MPa a 1300 °C bajo atmósfera control de argón, que tiene una distribución homogénea como se confirma con las metalografías a 1000X para tres diferentes zonas, con la presencia de ferrita y martensita.

Continuando con el análisis del efecto de la atmósfera de control de argón, la muestra sometida a presión de compactación de 650 MPa y sinterizada a 1200 °C presenta una variación microestructural respecto a la sinterizada a 1300 °C, que es el enriquecimiento de martensita a pesar de tener de porosidad de 17.33 %. De tal manera, que bajo esas condiciones se pueden obtener altas durezas. Las metalografías correspondientes a la presión de compactación a 750 MPa a 1200 °C presentan una descarburación muy superficial, con homogeneidad en la distribución microestructural, crecimiento de grano y reducción en la porosidad, ver Figura 2- 19.

Por otro lado, las metalografías de las muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío tienen cualitativamente un porcentaje alto de descarburación como lo muestran la Figura 2- 9 y Figura 2- 11. Respecto a la homogeneidad microestructural solamente se presenta en la zona central de la muestra, aunque con una pequeña cantidad de martensita respecto a la formada bajo la atmósfera control de argón. La Figura 2- 19 y Figura 2- 11 permiten observar adicionalmente que los tamaños de grano formados son pequeños, el cual corresponden a las condiciones de presión de compactación de 650 MPa y 750 MPa y temperatura de sinterizado de 1200 °C, respectivamente.

Adicionalmente, acorde el diagrama de fase binario (ver Figura 2- 22) se encontró fase líquida y carburos al sinterizar en temperaturas de 1200 °C y 1300 °C, sin embargo, se contó únicamente con la formación de austenita líquida.

2.5.3 Propiedades mecánicas (dureza, resistencia a la flexión transversal y desgaste)

A partir de los resultados registrados en la Tabla 2- 6, Tabla 2- 7, Tabla 2- 8, Tabla 2- 9, Tabla 2- 10 y Tabla 2- 11, se realiza el análisis de la influencia de las atmósferas para las observaciones del diseño DOE (ver Tabla 1- 1), reflejado en las siguientes figuras en donde “1” corresponde al borde de la muestra, “2” corresponde a la zona intermedia de la muestra y “3” al centro de la muestra. Como se puede observar, en la Figura 2- 31 y Figura 2- 32 la atmósfera de control de argón favorece los valores de dureza y al incrementar la temperatura de sinterizado se tiene una mejora.

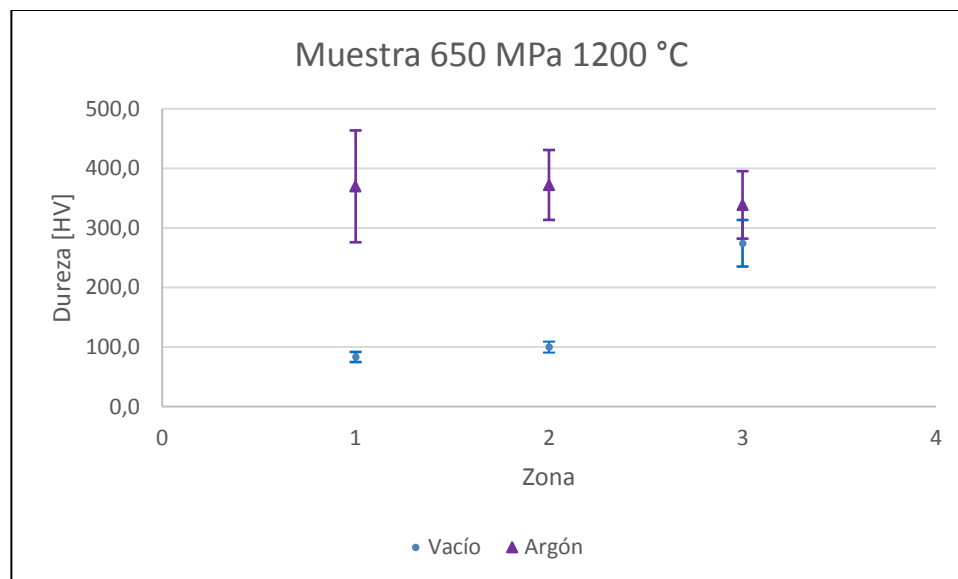


Figura 2- 31: Comparación de dureza de muestra sometida a presión de compactación de 650 MPa, temperatura de sinterizado a 1200 °C bajo atmósfera de control de vacío y argón.

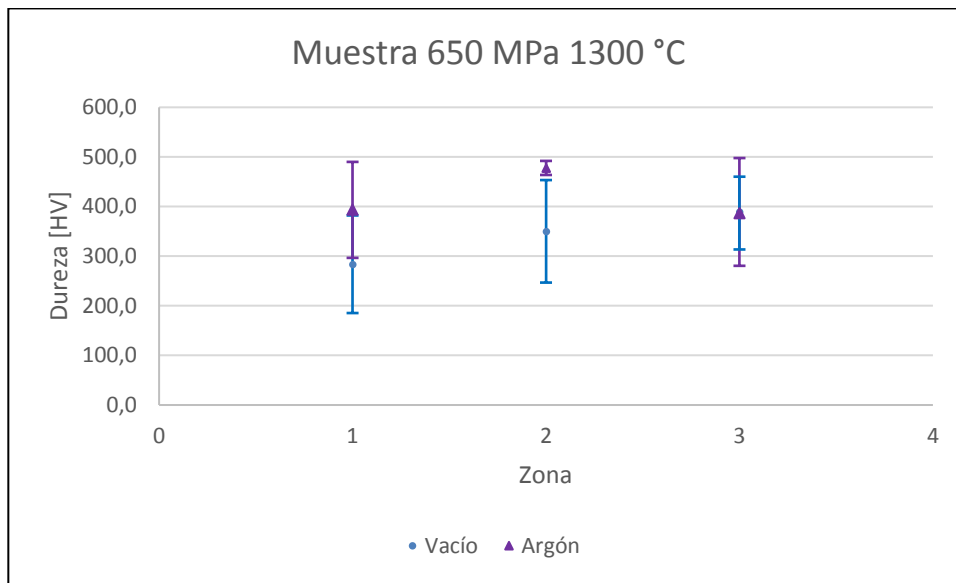


Figura 2- 32: Comparación de dureza de muestra sometida a presión de compactación de 650 MPa, temperatura de sinterizado a 1300 °C bajo atmósfera de control de vacío y argón.

La observación del diseño de experimentos que corresponde a presión de compactación a 650 MPa es un ejemplo de que en la zona central de la muestra de tener una dureza de 339 HV al ser sinterizada a 1200 °C se aumenta su dureza a 387 HV cuando se sinteriza a 1300 °C. Sin embargo, bajo esta atmósfera control de argón la resistencia al desgaste tiene una mayor pérdida volumétrica debido a la dureza del material por la presencia de la martensita, como lo corrobora el diagrama de fases binario (ver Figura 2- 22) a 1300 °C se obtiene austenita que al enfriarse se transforma en carburos de hierro (martensita).

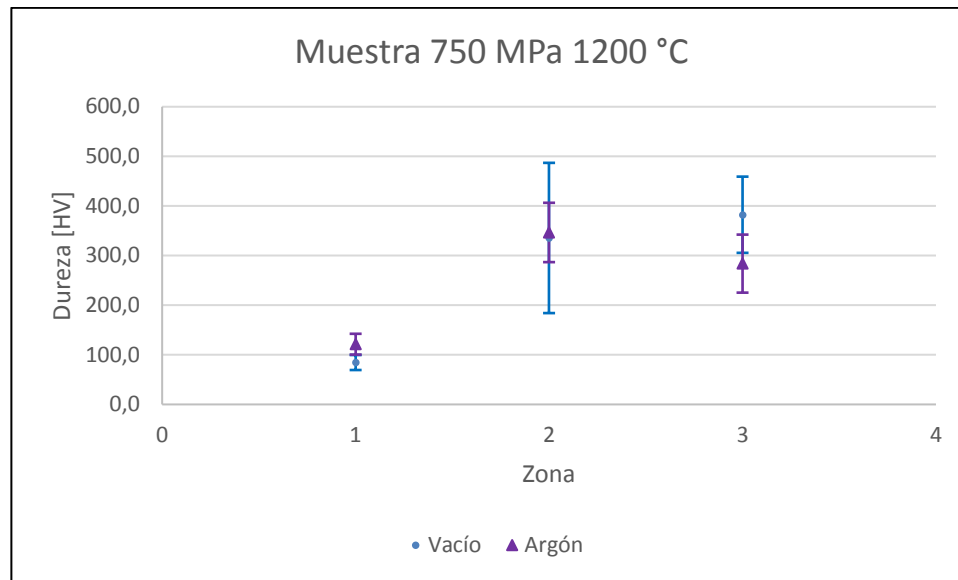


Figura 2- 33: Comparación de dureza de muestra sometida a presión de compactación de 750 MPa, temperatura de sinterizado a 1200 °C bajo atmósfera de control de vacío y argón.

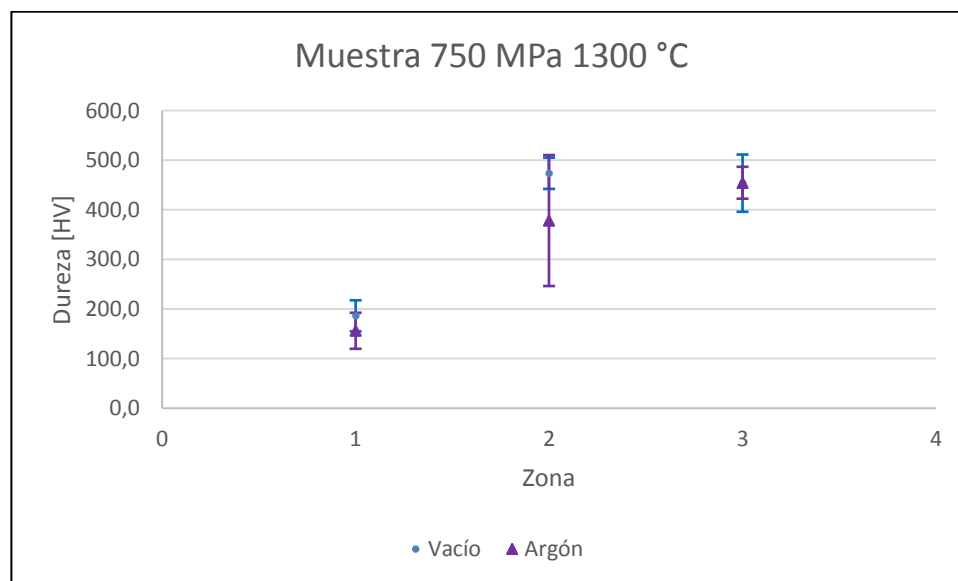


Figura 2- 34: Comparación de dureza de muestra sometida a presión de compactación de 750 MPa, temperatura de sinterizado a 1300 °C bajo atmósfera control de vacío y argón.

Para presiones de compactación de 750 MPa la atmósfera control no tiene un efecto significativo en el favorecimiento de la dureza para esta condición del diseño (ver Tabla 1-1). Diferente es el caso con el factor de temperatura que de tener valores de 288 HV pasa a tener 454 HV, según la Figura 2- 33 y Figura 2- 34. Según Q.J. Hu et al, al realizar

sinterización a diferentes temperaturas del acero M2 afirmaron que a 1300 °C es cuando se alcanzan los valores de dureza más altos debido a la transformación de austenita en martensita [21], razón a la que se atribuye los valores altos de dureza obtenidos como se evidencia en la microestructura de la Figura 2- 13 y Figura 2- 21.

Ahora al comparar los valores de dureza para el factor de presión de compactación del diseño, seleccionando los resultados más favorables se concluye que las condiciones de fabricación que favorecen la dureza son la presión de compactación a 750 MPa con temperatura de sinterizado de 1300 °C, sin importar el tipo de atmósfera control que se implemente. Sin embargo, si se pretende obtener un material duro con una alta resistencia al desgaste la atmósfera control si tendría influencia, pues cuando se sinterizan las muestras bajo atmósfera de vacío hay menor pérdida volumétrica a altas temperaturas, como se evidencia en la Tabla 2- 14 que igualmente tiene mayor resistencia a la flexión transversal por los porcentajes de porosidad bajos.

Para la atmósfera de trabajo, por ejemplo, en vacío la pérdida de calor es menor porque no se genera un medio de transporte, lo que implica que el tiempo de enfriamiento es menor mientras que con la atmósfera de argón se genera un medio de transporte en el cual hay mayor transferencia de calor. Por lo cual, la formación de martensita se hace más fina logrando aumentar la dureza (ver Figura 2- 12 y Figura 2- 16). Por otro lado los fenómenos de sinterización específicamente la difusión y coalescencia están asociados a la formación de la fase líquida que a su vez coadyuva a la formación de las fases, en el caso de la atmósfera de vacío a 1200 °C se observó previamente mediante la preparación y análisis metalográfico la formación mayoritariamente de ferrita y algunas trazas de martensita, mientras que para la atmósfera de argón a 1300 °C la fase predominante fue la martensita sin evidencias de ferrita (ver Figura 2- 22).

Por otro lado, los valores de resistencia a flexión registrados en la Tabla 2- 12 y Tabla 2- 13, permiten identificar bajo qué combinaciones del diseño (ver Tabla 1- 1) se obtiene un favorecimiento en esta propiedad. Teniendo que la muestra sometida a presión de compactación de 750 MPa, temperatura de sinterizado a 1300 °C bajo la atmósfera de vacío soporta el mayor valor de resistencia a flexión, confirmando igualmente que el factor

significativo del diseño (ver Tabla 1- 1) para esta propiedad es la temperatura de sinterización y que la selección de la atmósfera control si tiene impacto en esta propiedad.

Así mismo, se evidencia que hay una estrecha relación entre la porosidad y la resistencia a la flexión transversal, pues al tener porcentajes de porosidad bajos la muestra es capaz de soportar cargas mayores como es el caso de la muestra compactada a 750 MPa una temperatura de sinterizado de 1300 °C, bajo atmósfera de vacío se tiene una porosidad de 14.87 % y resistencia a flexión de 1456.905 MPa diferente a la muestra compactada a 650 MPa una temperatura de sinterizado de 1300 °C bajo atmósfera de vacío que tiene una porosidad de 19.19 % y resistencia a flexión de 1126.215 MPa. Otra razón a la que se atribuye dicho favorecimiento es que la sección inferior de la muestra al estar sometida a tensión la deformación se presentará en la dirección perpendicular a su eje, teniendo entonces el inicio de grieta en dicha sección que dependiendo del porcentaje de porosidad hará que se dé una falla súbita [22].

Respecto a los resultados de flexión transversal se analizó la superficie de falla a partir de imágenes SEM, identificando que para cualquier observación del diseño (ver Tabla 1- 1) hay un mismo mecanismo de falla correspondiente a falla por clivaje. Al observar la Figura 2- 24 se evidencia que el modo de falla es por clivaje correspondiente a una fractura frágil transgranular que al no presentar deformación plástica atraviesa los granos, lo que podría favorecer a la prolongación de propagación de grieta mejorando la resistencia a la flexión transversal. Como se evidencia en la superficie de rotura.

Adicionalmente se aprecian los cuellos formados después de ser sinterizada la muestra que fue sometida a presión de compactación de 750 MPa, temperatura de sinterizado de 1200 °C bajo atmósfera de control de argón a lo que se atribuye el porcentaje de porosidad de 14.47 % [7]. Caso contrario a la rotura intergranular, a la que se le atribuye la falla súbita por la presencia de carburos segregados en el límite de grano.

En cuanto a la resistencia al desgaste, los resultados de las muestras sinterizadas bajo atmósfera control de vacío están registrados en la Tabla 2- 14, donde se aprecia que los valores de menor pérdida volumétrica se atribuyen a la presión de compactación menor de 650 MPa y temperatura de sinterizado mayor de 1300 °C, teniendo un valor de 15.70 mm³. Por lo que si se incrementa la presión de compactación la pérdida volumétrica aumenta y

si disminuye la temperatura habrá mayor pérdida debido a que no se da la formación de austenita que se transforma en martensita.

Diferente es el comportamiento para los resultados bajo la atmósfera control de argón, registrados en la Tabla 2- 15, donde la menor pérdida volumétrica se dio para la temperatura de sinterizado de 1200 °C con un valor de presión de compactación de 650 MPa, es decir a presiones de compactación bajas y temperaturas de sinterizado bajas se tiene mejor resistencia al desgaste.

3.Análisis de varianza ANOVA

El análisis de varianza se obtuvo con el software R, asignando cada factor a un vector, y el paquete FrF, cuyo objetivo es identificar si los factores presión de compactación y temperatura de sinterizado o la interacción entre ellos tiene una influencia significativa en las propiedades de dureza y resistencia a la flexión transversal obtenidos, definiendo como hipótesis nula el hecho de que no existe algún efecto de los factores sobre la superficie de respuesta con un nivel de significancia de 0.05. Dichas propiedades fueron asignadas como variables de respuesta al diseño DOE (ver Tabla 1- 1).

Con el modelo de regresión lineal se puede corroborar el comportamiento que tendrán los resultados de la superficie de respuesta para los valores altos y bajos de cada factor que sean significativos. El modelo corresponde a:

$$\hat{y} = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_3 X_2 X_1 \quad (3. 1)$$

Donde \hat{y} es el valor de la dureza o resistencia a flexión de la muestra sinterizada bajo atmósfera de vacío o atmósfera control de argón. En las secciones del presente capítulo se le asignaran a X_1 y X_2 los valores de las variables codificadas de los niveles altos con 1 y bajos con -1 de la presión de compactación, temperatura de sinterizado o su interacción. La atmósfera de control al ser una variable cualitativa no es considerada como factor en este diseño de experimentos, por lo tanto, se analizan las superficies de respuesta para cada atmósfera control de manera independiente.

3.1.1 Dureza como superficie de respuesta del análisis ANOVA del diseño DOE sinterizado bajo atmósfera de vacío

Se establece la abreviatura dcv para la superficie de respuesta de dureza bajo atmósfera de vacío. La Figura 3- 1 presenta en el eje vertical los valores de dureza y el eje horizontal los niveles altos (1) y bajos (-1) de cada factor, donde pdcv es la presión de compactación

de vacío y tdcv es la temperatura de sinterizado bajo atmósfera de sinterizado. De tal manera que al no cruzarse las líneas de los diferentes niveles no hay interacción entre el efecto que puede producir la presión de compactación y temperatura de sinterizado sobre los valores de dureza de las muestras sinterizadas bajo la atmósfera de vacío. Ahora con la Figura 3- 2 se evidencia que para los efectos principales no hubo cambios significativos en los resultados de dureza.

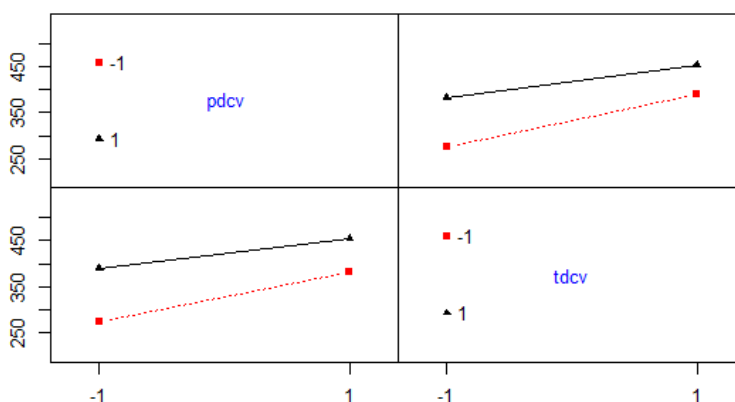


Figura 3- 1: Matriz de interacción entre factores sinterizados bajo atmósfera de vacío

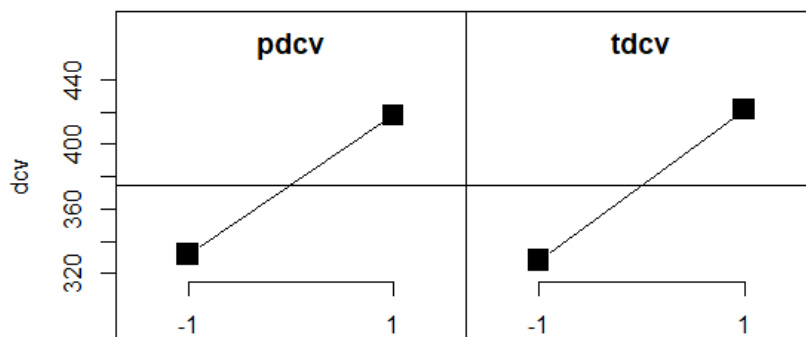


Figura 3- 2: Efectos principales para la dureza de las muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío.

Tabla 3- 1: Análisis de varianza de diseño factorial 2^2 cuyas muestras fueron sinterizadas bajo atmósfera de vacío.

Efectos	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados principales	Valor F	Probabilidad
Presión de compactación	1	37211	37211	6.6004	0.02059
Temperatura de sinterizado	1	43383	43383	7.6951	0.01355
Interacción	1	2367	2367	0.4199	0.52619
Residuos	16	90204	5638		

Donde el factor presión de compactación y el factor temperatura de sinterizado son significativos con una confiabilidad del 95 %, dado que la probabilidad es menor al error de $\alpha=0.05$. Y la interacción de segundo orden no rechaza las hipótesis nulas de igualdad de medias, es decir, la media de presión de compactación y la media de temperatura de sinterizado son iguales. Seguido de ello, es necesario realizar la prueba de Shapiro-Wilk teniendo que la hipótesis nula de igualdad de normalidad no es rechazada con un valor de $p=0.1087$ por lo tanto no es necesario evaluar un segundo ANOVA. Entonces se afirma que los factores principales si tienen un efecto en la superficie de respuesta.

Donde según la Ecuación (3. 1) \hat{y} es el valor de la dureza de las muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío denominada \widehat{DV} , X_1 es la presión de compactación cuya abreviatura es DV_p , X_2 es la temperatura de sinterizado con su abreviatura DV_T y beta es cada uno de los coeficientes estimados en el modelo de regresión lineal, teniendo:

$$\widehat{DV} = 274.28 + 108.03DV_p + 114.91DV_T - 43.52DV_pDV_T \quad (3. 2)$$

Y como solamente los efectos principales son los que tendrán significancia, el modelo de regresión lineal se simplifica a:

$$\widehat{DV} = 274.28 + 108.03DV_p + 114.91DV_T \quad (3. 3)$$

En la Tabla 3- 2 se puede observar que cuando los factores principales tienen niveles altos (ver Tabla 1- 1) se tendrán los valores de dureza más altos contrario a cuando se tienen niveles bajos (ver Tabla 1- 1) que tendrán como resultados durezas notoriamente bajas.

Tabla 3- 2: Comportamiento de los valores de dureza a partir del modelo de regresión lineal

Presión [MPa]	Temperatura [°C]	Dureza [HV]
750	1300	497
650	1200	51
750	1200	267
650	1300	281

3.1.2 Dureza como superficie de respuesta del análisis ANOVA del diseño DOE sinterizado bajo atmósfera control de argón

A partir de la Figura 3- 3 que presenta en el eje vertical los valores de dureza y en el eje horizontal los niveles altos (1) y bajos (-1) de cada factor, donde dca hace referencia a la dureza bajo atmósfera de argón, pdca a la presión de compactación y tdca a la temperatura de sinterizado. se presume que si hay interacción entre el efecto que puede producir la interacción entre la presión de compactación y temperatura de sinterizado sobre los valores de dureza de las muestras sinterizadas bajo la atmósfera de argón, debido a que se cruzan las líneas formadas por los niveles altos y bajos de cada factor. Ahora con la Figura 3- 4 se evidencia que para el efecto principal temperatura de sinterizado hubo cambios significativos en los resultados de dureza.

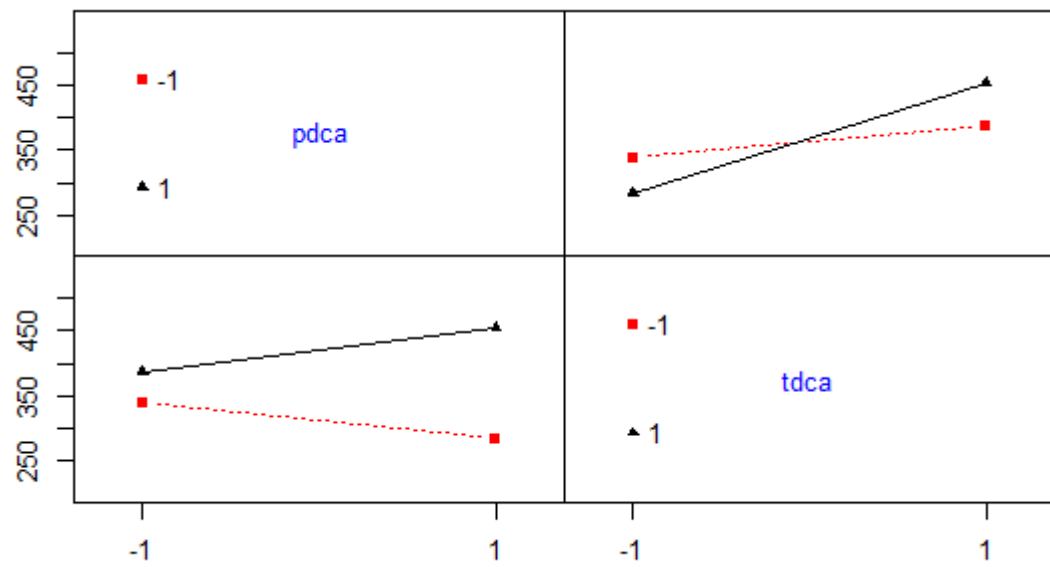


Figura 3- 3: Matriz de interacción entre factores sinterizados bajo atmósfera control de argón.

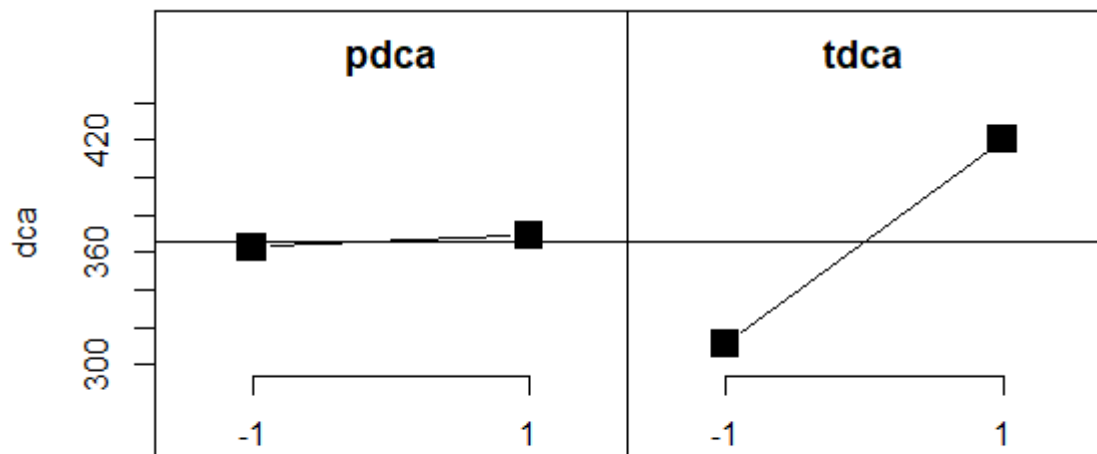


Figura 3- 4: Efectos principales para la dureza de las muestras sinterizadas bajo atmósfera control de argón.

Tabla 3- 3: Análisis de varianza de diseño factorial 2^2 cuyas muestras fueron sinterizadas bajo atmósfera control de argón.

Efectos	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados principales	Valor F	Probabilidad
Presión de compactación	1	202	202	0.0619	0.8067043
Temperatura de sinterizado	1	59869	59869	18.3572	0.0005687
Interacción	1	18788	18788	5.7607	0.0289105
Residuos	16	52181	3261		

Donde el factor temperatura de sinterizado es altamente significativo con una confiabilidad del 95 %, es decir la probabilidad es menor al error de $\alpha=0.05$, y la interacción de segundo orden también rechaza la hipótesis nula de igualdad de medias como se corrobora con la Figura 3- 3. Seguido de ello, es necesario realizar la prueba de Shapiro-Wilk teniendo que la hipótesis nula de igualdad de normalidad no es rechazada con un valor de $p=0.06764$ por lo tanto no es necesario evaluar un segundo ANOVA. Entonces se afirma que uno de los factores principales (temperatura de sinterizado) y la interacción entre los factores si tienen un efecto en la superficie de respuesta corroborado previamente con la Figura 3- 3 y Figura 3- 4.

Con el modelo de regresión lineal de la Ecuación (3. 1), para la dureza de las muestras sinterizadas bajo atmósfera control de argón (\widehat{DA}) se tiene que DA_P es la temperatura, DA_T es la temperatura, y beta es cada uno de los coeficientes estimados en el modelo de regresión lineal, teniendo:

$$\widehat{DA} = 338.73 - 54.95DA_P + 48.13DA_T + 122.60DA_IDA_T \quad (3. 4)$$

Según los factores significativos, el modelo de regresión lineal se simplifica a:

$$\widehat{DA} = 338.73 + 48.13DA_T + 122.60DA_IDA_T \quad (3. 5)$$

En la Tabla 3- 4 se puede observar que cuando el factor principal tiene nivel alto (ver Tabla 1- 1) junto con la interacción con niveles altos se tendrán los valores de dureza más altos, caso contrario cuando se tiene nivel bajo para la temperatura de sinterizado (ver Tabla 1- 1) junto con la interacción ya sea de nivel bajo o alto tendrá como resultado durezas bajas.

Tabla 3- 4: Comportamiento de los valores de dureza a partir del modelo de regresión lineal

Temperatura [°C]	Interacción	Dureza [HV]
1300	1	509
1200	1	413
1200	-1	264
1300	-1	168

3.1.3 Resistencia a la flexión como superficie de respuesta del análisis ANOVA del diseño DOE sinterizado bajo atmósfera de vacío

A partir de la Figura 3- 5 que presenta en el eje vertical los valores de dureza y en el eje horizontal los niveles altos (1) y bajos (-1) de cada factor, donde trsv es la resistencia a la flexión transversal bajo atmósfera de vacío, para la presión se asignó ptrsv y ttrsv para la temperatura de sinterizado. Se presume que no hay interacción entre el efecto que puede producirse entre la presión de compactación y temperatura de sinterizado sobre los valores de resistencia a la flexión de las muestras sinterizadas bajo la atmósfera de vacío. Pero la temperatura si tendrá una gran influencia, debido a que no se cruzan las líneas formadas por los niveles altos y bajos de cada factor. Ahora con la Figura 3- 6 se evidencia que para el efecto principal temperatura de sinterizado hubo cambios significativos en los resultados de dureza.

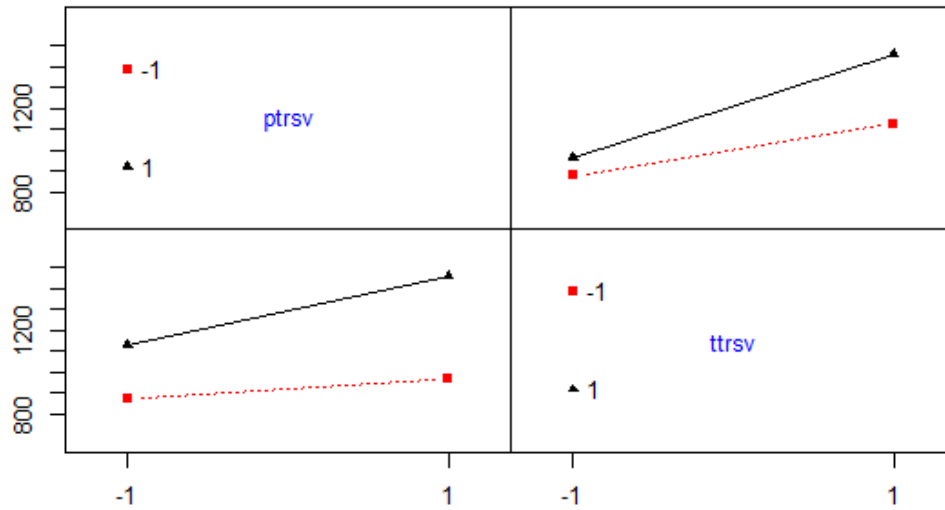


Figura 3- 5: Matriz de interacción entre factores sinterizados bajo atmósfera de vacío

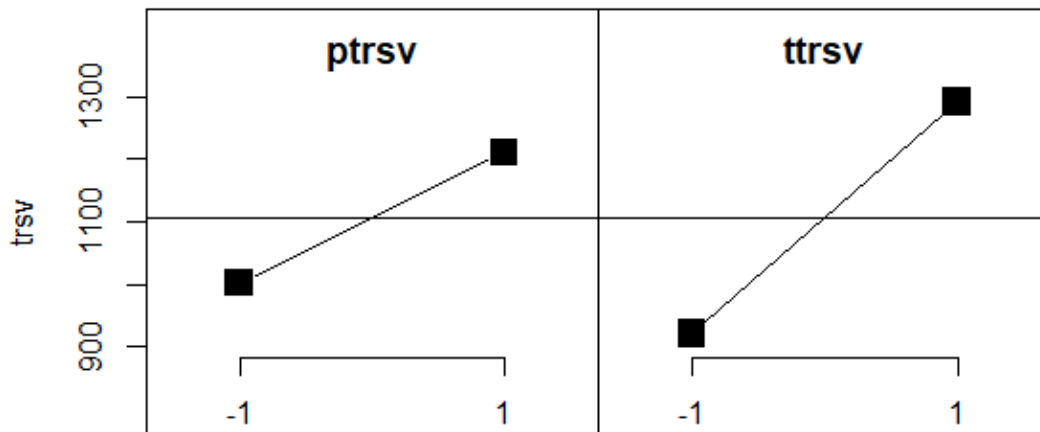


Figura 3- 6: Efectos principales para la dureza de las muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío.

Tabla 3- 5: Análisis de varianza de diseño factorial 2² cuyas muestras fueron sinterizadas bajo atmósfera de vacío.

Efectos	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados principales	Valor F	Probabilidad
Presión de compactación	1	88072	88072	3.5149	0.1341
Temperatura de sinterizado	1	274248	274248	10.9452	0.0297
Interacción	1	29206	29206	1.1656	0.3411
Residuos	4	100226	25057		

El factor temperatura de sinterizado es altamente significativo con una confiabilidad del 95 %, es decir la probabilidad es menor al nivel de significancia de $\alpha=0.05$. Seguido de ello, es necesario realizar la prueba de Shapiro-Wilk teniendo que la hipótesis nula de igualdad de normalidad no es rechazada con un valor de $p=0.9412$, por lo tanto, no es necesario evaluar un segundo ANOVA, de tal manera se afirma que la temperatura de sinterizado tiene un efecto en la superficie de respuesta corroborado previamente con la Figura 3- 5.

Teniendo un modelo de regresión lineal, expresado por la Ecuación (3. 1)(3. 6) donde \hat{y} viene siendo el valor de la resistencia a flexión de las muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío (\widehat{TRSV}), que depende únicamente del coeficiente de la temperatura de sinterizado $TRSV_T$, siendo:

$$\widehat{TRSV} = 876.75 + 249.46TRSV_T \quad (3. 6)$$

En la Tabla 3- 6 se puede observar que cuando la temperatura de sinterizado tiene nivel alto (ver Tabla 1- 1) se tendrán los valores de resistencia a la flexión más altos, caso contrario a cuando se tiene nivel bajo que tendrá como resultado resistencias a la flexión bajas.

Tabla 3- 6: Comportamiento de los valores de dureza a partir del modelo de regresión lineal

Temperatura [°C]	Resistencia a la flexión transversal [MPa]
1300	1126.21
1200	627.29

3.1.4 Resistencia a la flexión como superficie de respuesta del análisis ANOVA del diseño DOE sinterizado bajo atmósfera de argón

A partir de la Figura 3- 7 que presenta en el eje vertical los valores de dureza y el eje horizontal los niveles altos (1) y bajos (-1) de cada factor donde trsa es la resistencia a la flexión bajo atmósfera de argón y los prefijos p y t corresponden a presión de compactación y temperatura de sinterizado, se presume que no hay interacción entre los efectos sobre los valores de resistencia a la flexión de las muestras sinterizadas bajo la atmósfera de argón. Ahora con la Figura 3- 8 se evidencia que para el efecto principal presión de compactación hubo cambios significativos en los resultados de resistencia a la flexión transversal.

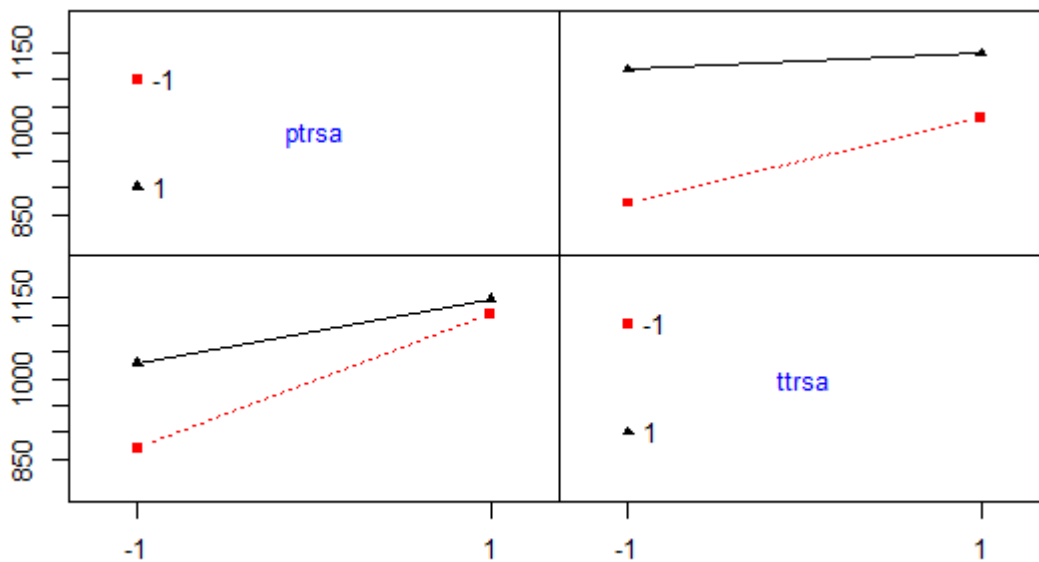


Figura 3- 7: Matriz de interacción entre factores sinterizados bajo atmósfera de argón.

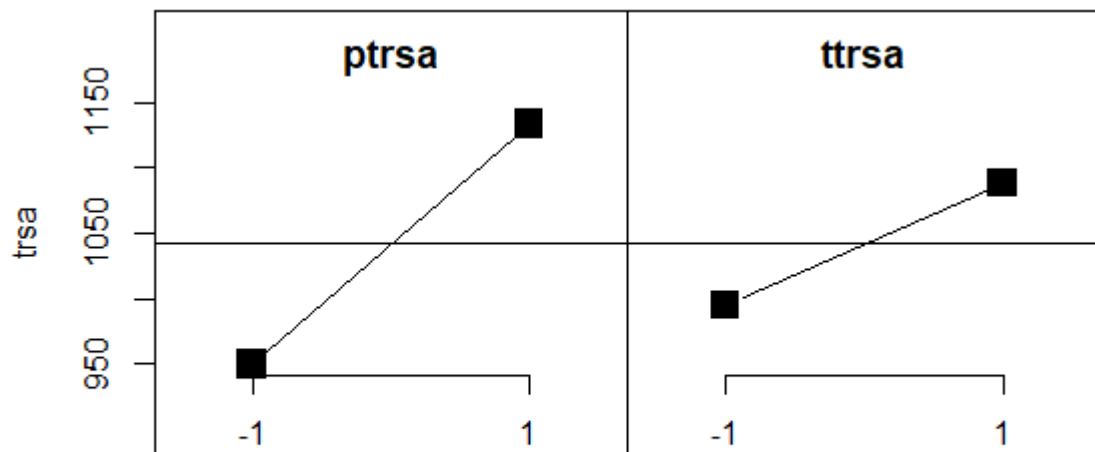


Figura 3- 8: Efectos principales para la dureza de las muestras sinterizadas bajo atmósfera control de argón

Tabla 3- 7: Análisis de varianza de diseño factorial 2^2 cuyas muestras fueron sinterizadas bajo atmósfera de argón.

Efectos	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados principales	Valor F	Probabilidad
Presión de compactación	1	67296	67296	14.4625	0.01906
Temperatura de sinterizado	1	17563	17563	3.7744	0.12398
Interacción	1	8182	8182	1.7583	0.25549
Residuos	4	18613	4653		

El factor presión de compactación es altamente significativo con una confiabilidad del 95 %, es decir la probabilidad es menor al error de $\alpha=0.05$. Realizando la prueba de Shapiro-Wilk la hipótesis nula de igualdad de normalidad no es rechazada con un valor de $p=0.9612$, por lo tanto, no es necesario evaluar un segundo ANOVA. Por ende, la presión de compactación si tiene un efecto en la superficie de respuesta corroborado previamente con la Figura 3- 7 y Figura 3- 8.

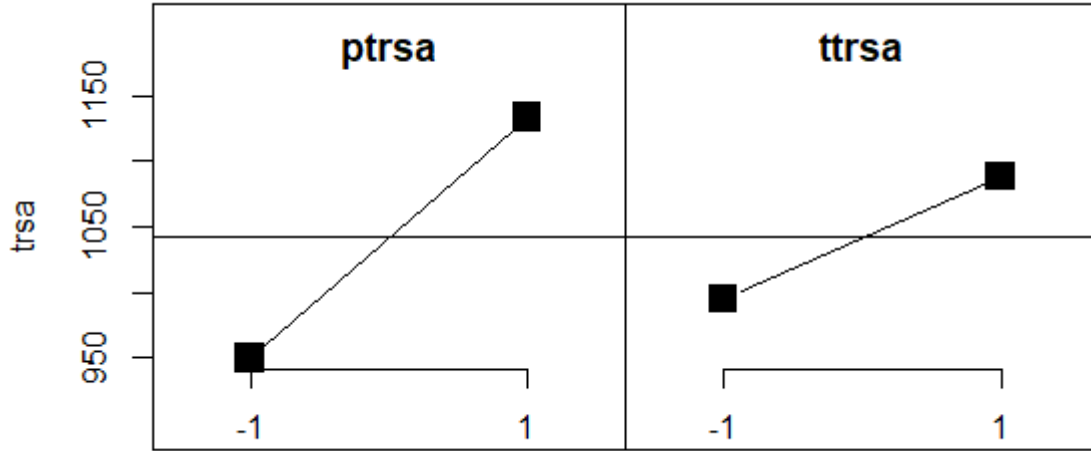


Figura 3- 9: Efectos principales para la dureza de las muestras sinterizadas bajo atmósfera control de argón.

Ahora, acorde a la Ecuación (3. 1) \hat{y} es \widehat{TRSA} que son los valores de la resistencia a flexión transversal de las muestras sinterizadas bajo atmósfera control de argón, $TRSA_p$ son los niveles de presión de compactación, $TRSA_T$ son los niveles de temperatura y beta es cada uno de los coeficientes estimados en el modelo de regresión lineal, teniendo:

$$\widehat{TRSA}_i = 871.2 + 247.39TRSA_p + 157.67TRSA_T - 127.92TRSA_pTRSA_T \quad (3. 7)$$

Al ser un efecto principal y la interacción factores significativos, el modelo de regresión lineal se simplifica a:

$$\widehat{TRSA} = 871.2 + 247.39TRSA_p - 127.92TRSA_pTRSA_T \quad (3. 8)$$

En la Tabla 3- 8 se puede observar que cuando el factor con significancia tiene nivel alto (ver Tabla 1- 1) se tendrán los valores de resistencia a la flexión más altos caso contrario a cuando se tiene nivel bajo que tendrán como resultados de resistencia a la flexión transversal bajos.

Tabla 3- 8: Comportamiento de los valores de dureza a partir del modelo de regresión lineal

Presión [MPa]	Interacción	Resistencia a la flexión transversal [MPa]
1	1	990.67
-1	-1	751.73
1	-1	1246.51
-1	1	495.89

Para las dos superficies de respuesta bajo atmósfera de vacío y atmósfera control de argón se deja claro que la temperatura de sinterizado es el parámetro de fabricación significativo, pues cuando se incrementan las temperaturas hay una mejora en la densidad de sinterizado, dureza y resistencia a la flexión transversal.

3.2 Discusión de resultados

Con el análisis de varianza realizado a las dos superficies de respuesta del diseño factorial 2², que son dureza y resistencia a la flexión transversal cuando la muestra es sinterizada bajo atmósfera de vacío y atmósfera control de argón, se puede identificar que los factores presión de compactación y temperatura de sinterizado si tienen influencia significativa sobre los resultados del acero fabricado bajo las condiciones de estudio. Por lo tanto, con los diferentes análisis de regresión lineal se puede identificar claramente cómo será la tendencia de esta influencia sobre el acero tipo M fabricado por vías pulvimetalúrgicas.

Teniendo entonces que para tener un acero con valores de dureza altos requerimos que los niveles de los factores sean altos, dicho de otro modo, debe ser fabricado el acero bajo condiciones de presión de compactación alta (750 MPa) y temperatura de sinterizado alta (1300 °C) independientemente del tipo de atmósfera control que se use. En cuanto a la resistencia a flexión la atmósfera control si tiene una influencia sobre los resultados ya que para la atmósfera de vacío altas temperaturas de sinterizado (1300 °C) favorecerán dicha propiedad, mientras que para el sinterizado bajo atmósfera control de argón la presión de compactación (750 MPa) será la que tiene mayor influencia en el favorecimiento TRS del acero.

Una vez establecidas las anteriores relaciones y siendo corroboradas con el análisis de resultados mostrado en el capítulo 2, se determina pertinente incluir una tercera atmósfera control para que favorezca notoriamente los valores de dureza del acero y sinterizar a temperaturas mayores a 1300 °C pues tanto el análisis estadístico como diagrama binario del acero mostrado en la Figura 2- 22 muestran que habrá no solo un favorecimiento en las propiedades mecánicas sino también a la microestructura que se obtendría.

4.Fase II: Efecto de la atmósfera control

Las muestras compactadas a 750 MPa se sinterizan variando las temperaturas de sinterizado de 1250 °C a 1375 °C mantenidas por 60 minutos, con el fin de identificar cuál proporcionará mejores resultados de densificación del material, debido a que al obtener un material cuya porosidad es reducida sus propiedades se verán notoriamente favorecidas.

Seguido de ello, al no encontrar diferencias con la variación de la atmósfera de control durante el sinterizado en los resultados de la microestructura y descarbonación del acero para herramientas tipo M obtenido por vía pulvimetalúrgica, se decide agregar una tercera atmósfera control correspondiente a una mezcla de 75 % de hidrogeno y 25 % de nitrógeno [6].

4.1 Densificación

El estudio de la densificación consistió en evaluar el comportamiento de la densidad del acero para herramientas tipo M partiendo de una temperatura dada, generando incrementos de 25 °C. La obtención de los valores de densidad requirió del uso del kit de determinación de densidad realizando el mismo proceso de la sección 2.2.2. Los resultados son los siguientes:

Tabla 4- 1: Resultados de densificación al incrementar la temperatura de sinterizado

Temperatura [°C]	Densidad [g/cm ³]
1250	7.00
1275	7.15
1300	7.19
1325	7.30
1350	7.34
1375	7.80

Como se evidencia, a 1375 °C se obtiene la densidad total del material, por lo tanto, se realiza un segundo diseño de experimentos teniendo como variables control la presión de compactación correspondiente a 750 MPa y la temperatura de sinterizado a 1375 °C mantenida por 60 minutos a una tasa de 10 °C/min teniendo el ciclo de sinterizado de la Figura 4- 1, bajo atmósferas de vacío y atmósferas control de argón y N₂H₂.

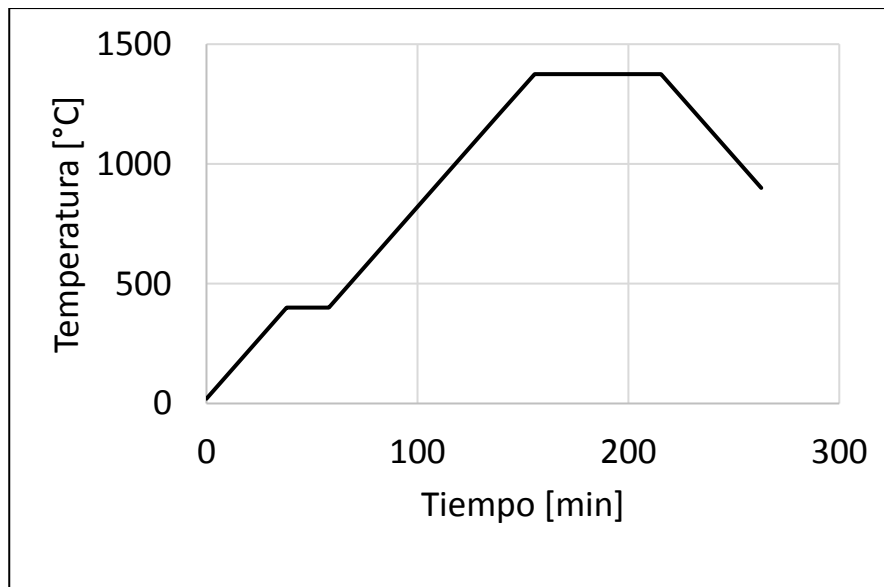


Figura 4- 1: Ciclo de sinterizado de muestras compactadas a 750 MPa llevadas a temperatura de sinterización de 1375 °C bajo atmósfera control variable.

Adicionalmente se realizó el análisis de la microestructura asegurando que con las condiciones de presión de compactación de 750 MPa y temperatura de sinterizado de 1375 °C se obtiene la microestructura deseada. En donde a partir de la Figura 4- 2 se observa que hay una distribución homogénea de la microestructura, un tamaño de grano grande, la presencia de martensita y carburos segregados. La localización de carburos segregados abarca áreas mayores en los límites de grano, siendo una característica del sinterizado del acero M2 [23]. Además de los ajustes anteriores, también se tuvo en cuenta que las muestras presentaban descarburación, por lo que se depositaron en cajas de grafito con lecho de alúmina (ver Figura 4- 2 y Figura 4- 3).

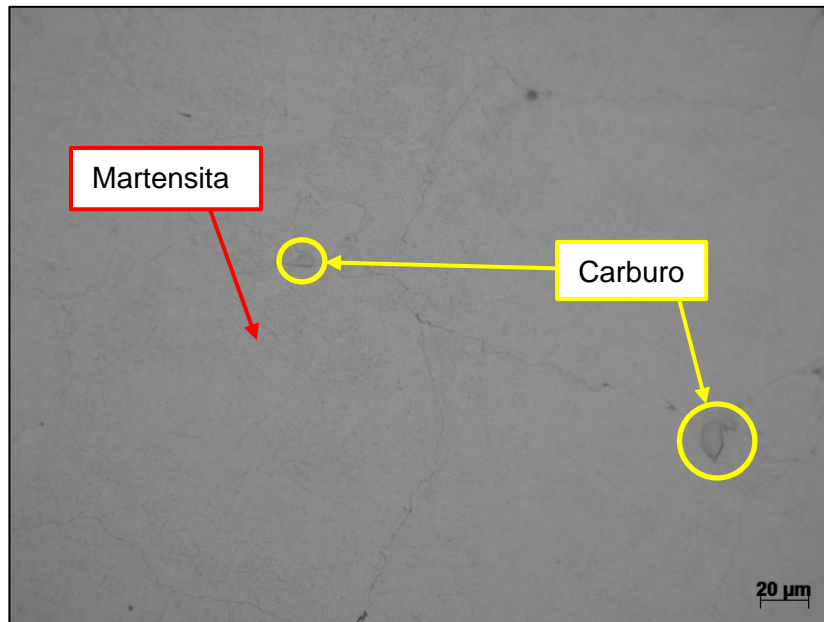


Figura 4- 2: Microestructura de muestra obtenida por presión de compactación de 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de N_2H_2 .



Figura 4- 3: Muestras a sinterizar depositas en cajas de grafito.

4.2 Microestructura

Con la implementación de la microscopia óptica se obtuvieron los resultados de las metalografías de las muestras sinterizadas bajo la atmósfera de vacío, argón y N_2H_2 el cual se muestran en esta sección.

4.2.1 Atmósfera de vacío

La densidad de sinterizado para la muestra sinterizada bajo la atmósfera de vacío corresponde a 6.9 g/cm^3 y la porosidad a 15.41 % como se aprecia cualitativamente en la Figura 4- 4, la cual fue analizada con la implementación del software ImageJ. Se tuvo un porcentaje de contracción volumétrico de 56 %. A partir de la Figura 4- 5 se observa que hay la presencia de formas largas y delgadas conocida como morfología acicular características de la fase meta-estable martensítica, con un tamaño de grano ASTM de 5.5 [24], con una distribución no homogénea con carburos globulares agrupados por colonias y una porosidad relativamente alta.

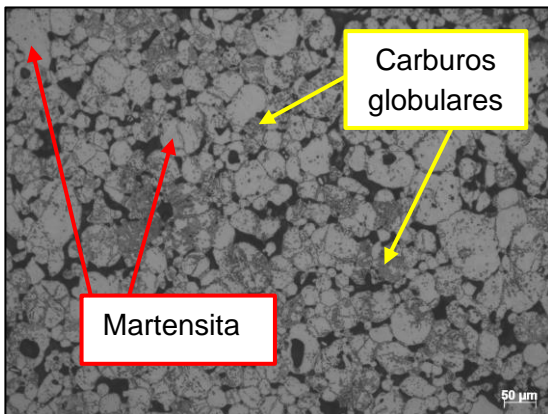


Figura 4- 4: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera de vacío a 500X.

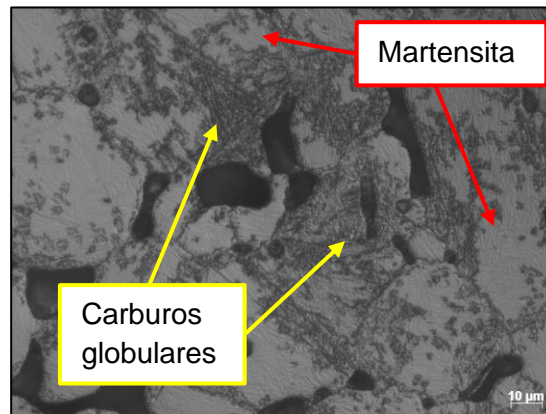


Figura 4- 5: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera de vacío a 1000X.

La Figura 4- 6 corresponde al análisis EDS puntual realizado en el límite de grano de una de las muestras, el cual verifica semi-cuantitativamente la presencia de elementos formadores de carburos como molibdeno, vanadio y tungsteno.

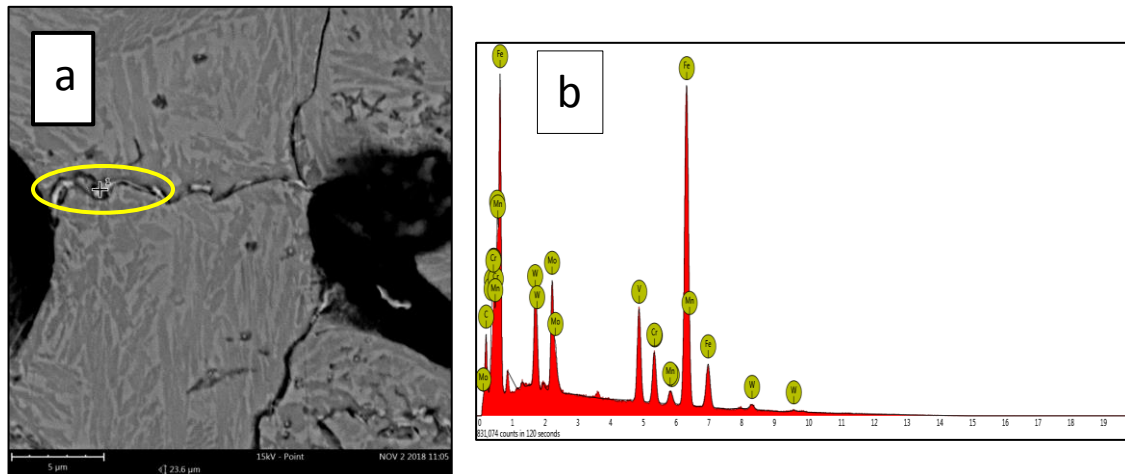


Figura 4- 6: Análisis EDS puntual a muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera de vacío a 5000X. (a) Imagen SEM de análisis EDS. (b) Espectro de EDS puntual.

El análisis de difracción de rayos X realizado a la muestra se llevó a cabo mediante la comparación del difractograma mostrado en la Figura 4- 7 y la base de datos de difractogramas del software X'Pert HighScore, la búsqueda de las fases se realizó teniendo en cuenta los elementos identificados semi-cuantitativamente en el análisis EDS como también la revisión bibliográfica [25], [26], [27]. La Figura 4- 7 muestra los picos de energía de la fase de ferrita, caracterizada por su pico de mayor difracción a 44°, y los correspondientes a carburos de MoC y V_8C_7 .

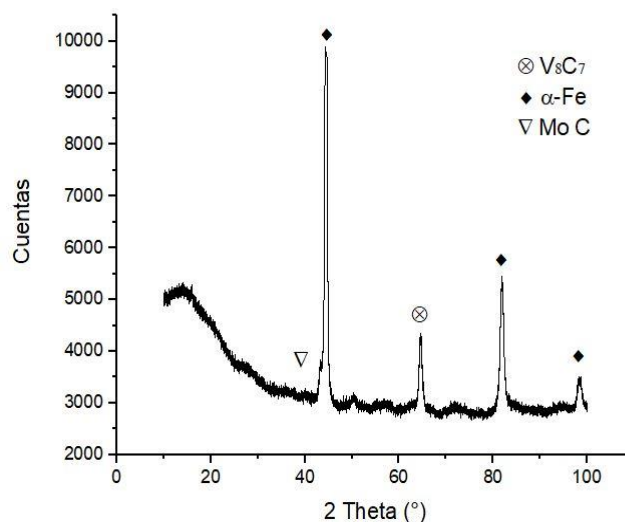


Figura 4- 7: Difractograma de muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera de vacío.

4.2.2 Atmósfera control de argón

Para la muestra compactada a 750 MPa y sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de argón se obtuvo una densidad de sinterizado de 6.9 g/cm³ y porcentaje de porosidad más alto, correspondiente a 19.34 % y se controló la descarburación de los bordes de la muestra, como se evidencia en la Figura 4- 8. El porcentaje de contracción volumétrica fue de 64 %. En cuanto a la microestructura, como se aprecia en la Figura 4- 9 no hay distribución homogénea de ésta, la porosidad es evidente y hay carburos globulares agrupados como colonias. El tamaño de grano correspondiente es ASTM 5.5 [24].

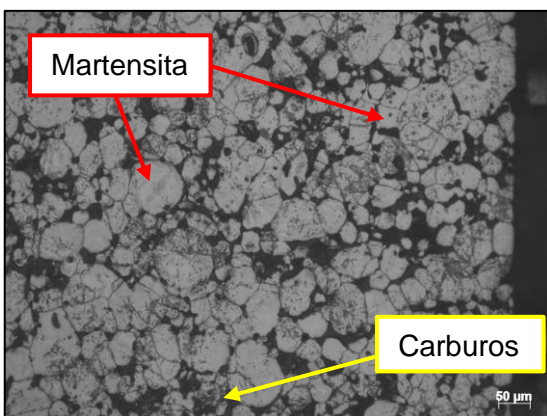


Figura 4- 8: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de argón a 500X.

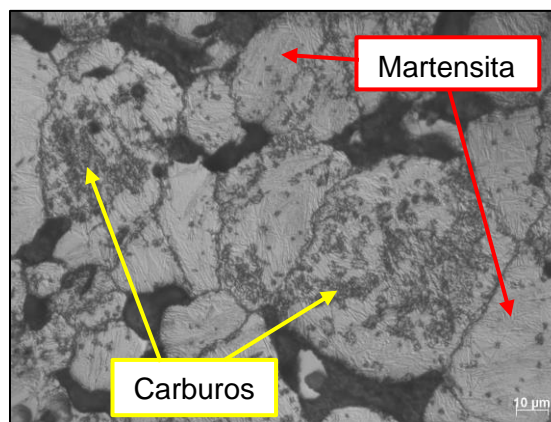


Figura 4- 9: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de argón a 1000X.

Se realizó análisis EDS puntual en el límite de grano como se aprecia en la Figura 4- 10 b Espectro EDS verificando semi-cuantitativamente que hay la presencia elemental de vanadio, molibdeno y tungsteno, por lo tanto, se da la segregación de carburos con dichos elementos. Y con estos elementos identificados y revisión bibliográfica [25], [26], y [27], a partir del análisis DRX realizado a la muestra, se identifican picos de energía que corresponden a los difractogramas de la fase de ferrita, carburos como el V_8C_7 y $Mo_{13}Co_{0.7}$ como se aprecia en la Figura 4- 11.

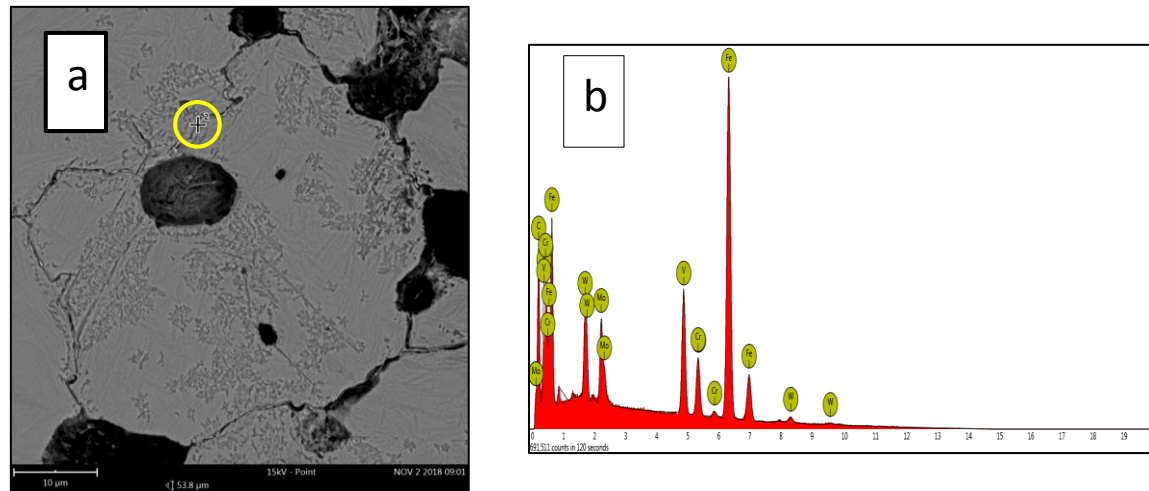


Figura 4- 10: Análisis EDS puntual a muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de argón a 5000X. (a) Imagen SEM. (b) Espectro de EDS puntual.

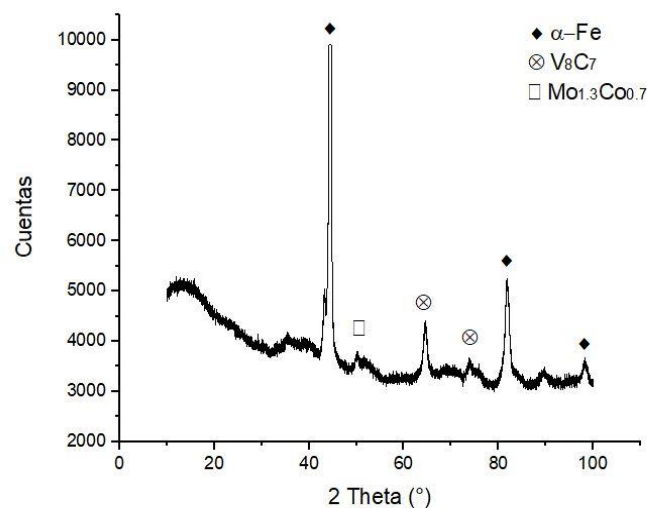


Figura 4- 11: Difractograma de muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de argón.

4.2.3 Atmósfera control de N_2H_2

Como última atmósfera control se tiene la mezcla de nitrógeno hidrogeno para sinterizar las muestras compactadas a 750 MPa y llevadas a temperatura de sinterizado de 1375 °C obteniendo que no hay descarburación, densidad de sinterizado de 7.9 g/cm³ y una porosidad de 0.14 %, como se aprecia en la Figura 4- 12. La contracción volumétrica obtenida corresponde a 66 %. Respecto a la microestructura se tiene una matriz martensítica al observarse la morfología acicular (larga y delgada) distribuida

homogéneamente con carburos globulares, con un tamaño de grano ASTM 2.5 según el estándar ASTM E112-13 [24], por lo que hubo un crecimiento de este último debido al sinterizado en fase sólida-líquida [5].

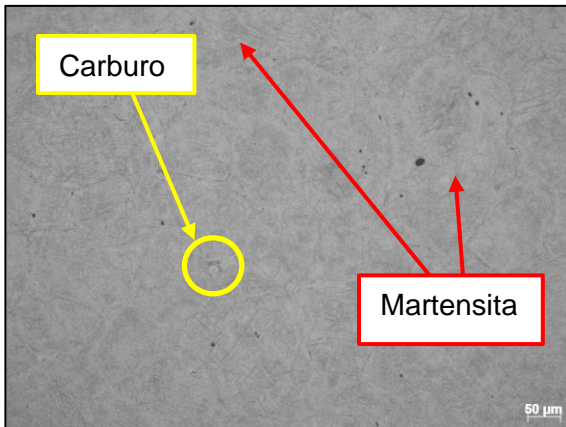


Figura 4- 12: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de N_2H_2 a 500X.

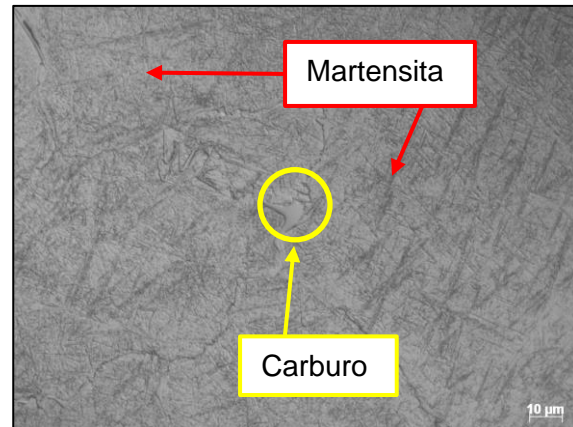


Figura 4- 13: Metalografía de muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de N_2H_2 a 1000X.

Por medio del análisis EDS puntual se identifica semi-cuantitativamente la presencia de elementos formadores de carburos como molibdeno y tungsteno en un alto porcentaje, usados para mantener la dureza en caliente y resistencia a la abrasión [6], como se aprecia a continuación:

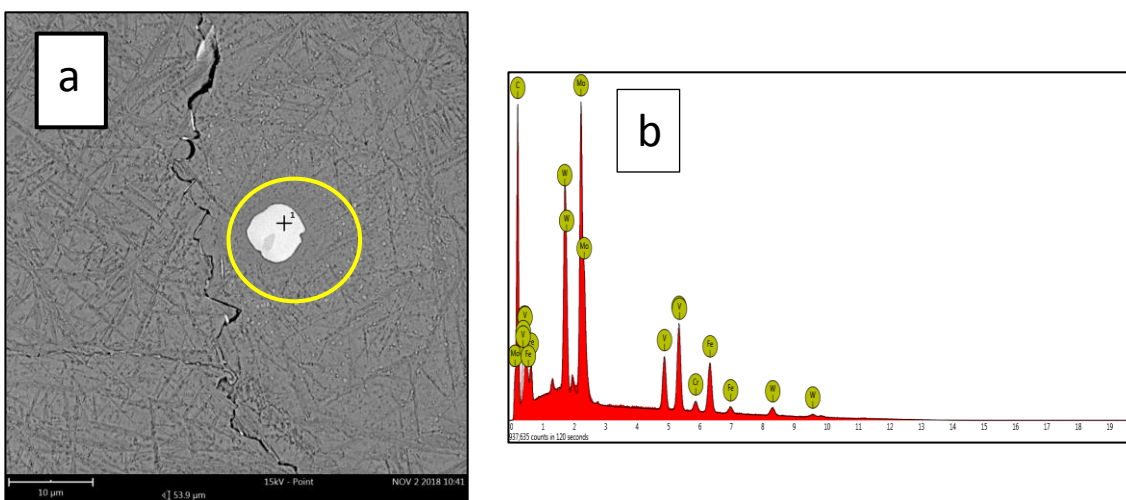


Figura 4- 14: Análisis EDS puntual a muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de N_2H_2 a 5000X. (a) Imagen SEM DE análisis EDS puntual. (b) Espectro de EDS puntual

Con el análisis de difracción de rayos X realizado a la muestra se obtiene el difractograma mostrado en la Figura 4- 15, que al ser analizado teniendo en cuenta los elementos identificados en el análisis EDS, se identifica la fase de ferrita y carburos de WC, Mo₂C y VC_{0.5} [25], [26] y [27].

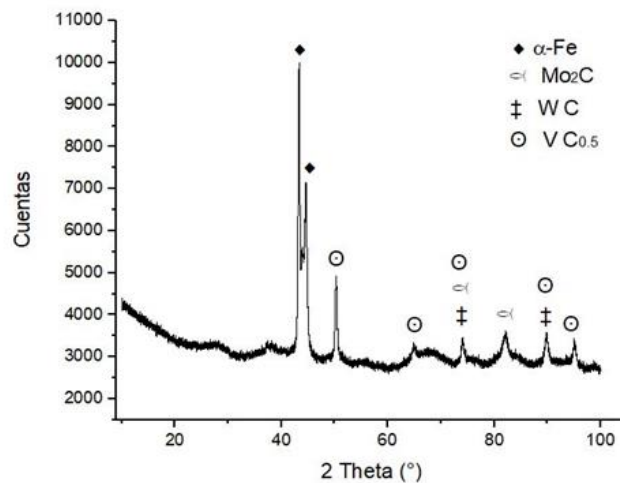


Figura 4- 15: Difractograma de muestra compactada a 750 MPa, sinterizada a 1375 °C bajo atmósfera control de N₂H₂.

4.3 Propiedades mecánicas

4.3.1 Dureza

Las muestras fueron sometidas a ensayos de dureza Vickers bajo una carga de 500 g-f para las muestras sinterizadas bajo atmósfera control de N₂H₂ y a 300 g-f para atmósfera de vacío y atmósfera control de argón, con un indentador de punta piramidal de diamante con ángulo base de 136°, según la ASTM E384 [12]. Debido a que las muestras no contaron con una descarburación considerable no se realizaron ensayos de dureza Vickers en los bordes. Los resultados de dureza están registrados en la Tabla 4- 2, donde se evidencia que para las atmósfera de vacío y atmósfera control de argón hay una diferencia de un 12 % de la atmósfera de vacío con respecto a la atmósfera control de argón. Caso contrario a la dureza obtenida con la atmósfera de control de N₂H₂ con un valor de 594.36 HV.

Tabla 4- 2: Resultados de dureza de muestras sinterizadas bajo atmósfera variable

Muestra			Dureza promedio [HV]	Desviación estándar [HV]
Presión de compactación [MPa]	Temperatura de sinterizado [°C]	Atmósfera control		
750	1375	Vacío	369	128.5
750	1375	Argón	422	99.6
750	1375	N ₂ H ₂	594	72.47

4.3.2 Ensayo de resistencia a la flexión transversal TRS

El ensayo de resistencia a la flexión transversal se realizó según la ASTM B528 [11] como se muestra en el esquema de la Figura 2- 23 conservando las mismas dimensiones de separación entre centros de las barras de apoyo. Los valores máximos de resistencia a la flexión transversal se obtuvieron con las muestras prismáticas sinterizadas bajo la atmósfera control de N₂H₂ con un valor promedio de 1416.91 MPa como se aprecia en la Tabla 4- 3.

Tabla 4- 3: Valores de la resistencia a flexión de muestras prismáticas sinterizadas con atmósfera control variable.

Presión de compactación [MPa]	Temperatura [°C]	Atmósfera	TRS [MPa]	Desviación estándar [MPa]
750	1375	Vacío	1209.31	90.54
750	1375	Vacío	1081.26	
750	1375	Argón	1071.43	60.03
750	1375	Argón	1156.32	
750	1375	N ₂ H ₂	1369.97	66.38
750	1375	N ₂ H ₂	1463.85	

Respecto al análisis de superficie de falla en las muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío y atmósfera control de argón se evidencia una falla transgranular por clivaje caracterizada por las huellas de río que tienen un punto de inicio para luego ir propagándose, como se aprecia en la Figura 4- 16 a y Figura 4- 17 a respectivamente. Así mismo, se corrobora con el análisis puntual EDS realizado a las muestras sinterizadas bajo

atmósfera de vacío y atmósfera control, la presencia de elementos como Cr, W, Mo, V (ver Figura 4- 16 b y c y Figura 4- 17 b y c).

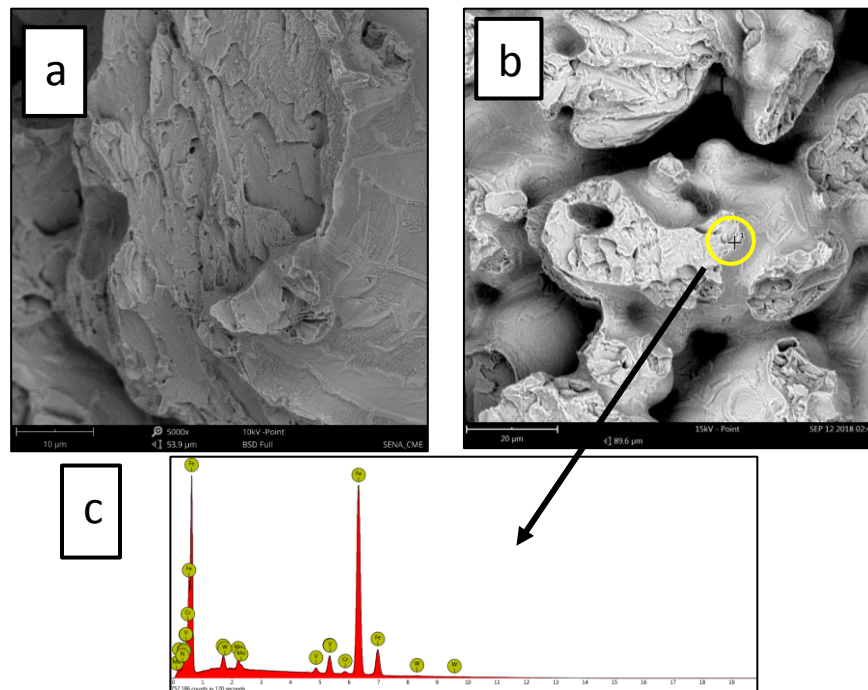


Figura 4- 16: (a) Imagen SEM de la superficie de falla de muestra sinterizada bajo atmósfera de control de vacío a 5000X. (b) Imagen SEM de superficie de falla de muestra sinterizada bajo atmósfera de vacío para análisis EDS. (c) Análisis puntual de EDS.

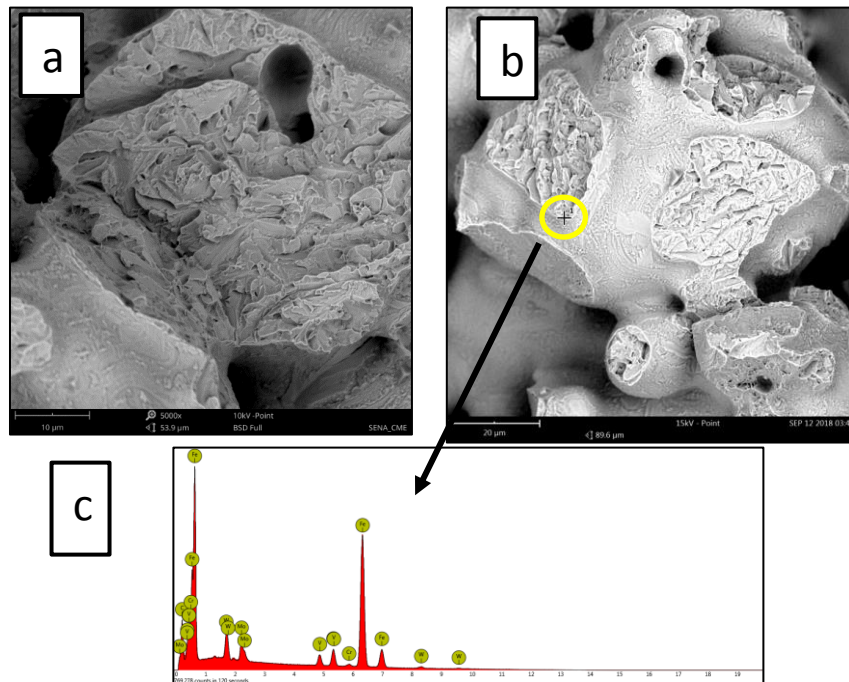


Figura 4- 17: (a) Imagen SEM de la superficie de falla de muestra sinterizada bajo atmósfera de control de argón a 5000X. (b) Imagen SEM de superficie de falla de

muestra sinterizada bajo atmósfera control de argón. (c) Espectro EDS de análisis puntual a superficie de falla.

La muestra sinterizada bajo atmósfera control de N_2H_2 en la Figura 4- 18 (a), (b) y (c) presenta una fractura mixta de propagación transgranular e intergranular, como también la presencia de carburos segregados en los bordes de grano los cuales se caracterizan por tener dureza mayor a la de la matriz metálica.

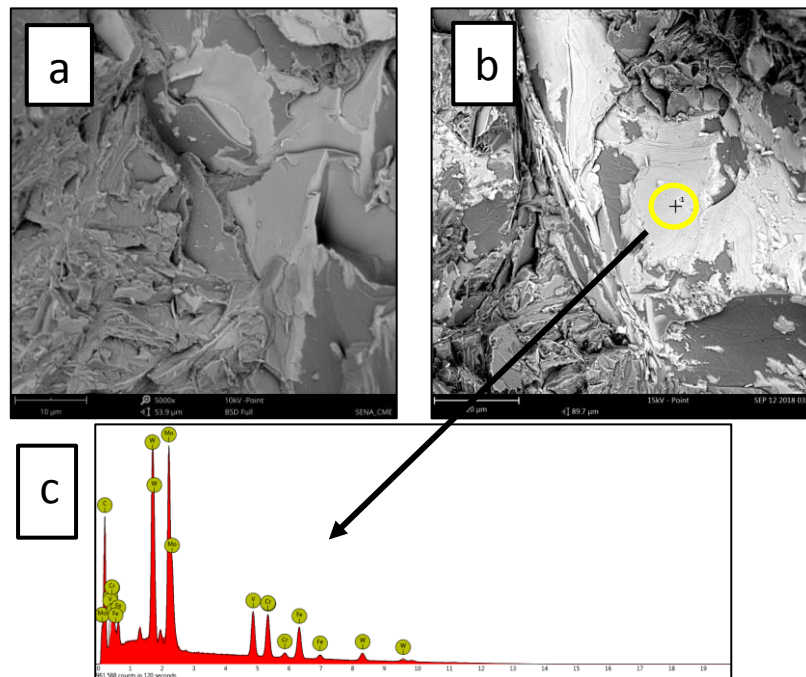


Figura 4- 18: (a) Imagen SEM de la superficie de falla de muestra sinterizada bajo atmósfera de control de N_2H_2 a 5000X. (b) Imagen SEM de superficie de falla de muestra sinterizada bajo atmósfera control de N_2H_2 . (c) Espectro EDS de análisis puntual a superficie de falla.

4.3.3 Desgaste

El ensayo de desgaste se realizó bajo el estándar ASTM G65 – 16 [14]. Las muestras se pulieron de tal manera que la superficie quedara plana para que el contacto con la rueda de desgaste fuese tangencial como se aprecia en la Figura 2- 25, se usó la misma arena del ensayo de desgaste de la sección 2.4.3 (ver Figura 2- 26). Los resultados de pérdida volumétrica de las muestras sinterizadas bajo atmósfera variable se encuentran registrados en la Tabla 4- 4, teniendo que para la atmósfera control de argón se presentan las menores pérdidas.

Tabla 4- 4: Resultados de ensayo a desgaste realizado a muestras sinterizadas bajo la atmósfera variable.

Presión de compactación [MPa]	Temperatura de sinterizado [°C]	Atmósfera	Volumen promedio perdido [mm ³]	Desviación estándar [mm ³]
750	1375	Vacío	25.86	9.24
750	1375	Argón	8.63	0.27
750	1375	N ₂ H ₂	10.11	5.25

En la Figura 4- 19 se puede observar la huella de desgaste abrasivo obtenida para cada una de las muestras sinterizadas bajo atmósfera de control variable, para la cual la imagen de microscopía óptica c atmósfera control de N₂H₂ permite visualizar cualitativamente que hay una huella con mayor profundidad. También se observa la reconstrucción de la huella para cada muestra, teniendo una rugosidad superficial de 3.22 µm cuando se sinteriza bajo atmósfera de vacío, una rugosidad de 1.72 µm bajo atmósfera control de argón y 2.46 µm bajo atmósfera control de N₂H₂.

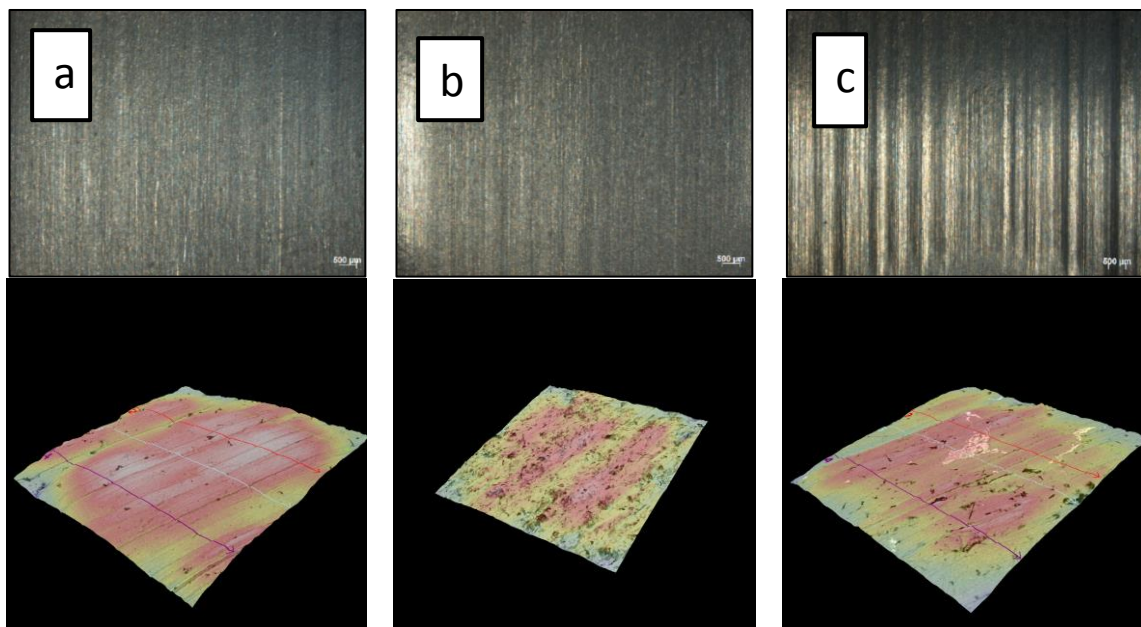


Figura 4- 19: Imágenes de desgaste de microscopía óptica y reconstrucción SEM de huella de desgaste de muestras sinterizadas. (a) Atmósfera de vacío, (b) Atmósfera control de argón y (c) Atmósfera control de N₂H₂.

La realización de un análisis EDS fue necesario para identificar si había incrustaciones de arena y corroborar la presencia de carburos. La Figura 4- 20 a corresponde al análisis realizado a la muestra sinterizada bajo atmósfera control de N_2H_2 en el análisis puntual 1 (zona de mayor contraste) en la que se identifica semicuantitativamente la presencia elemental de molibdeno y tungsteno (ver Figura 4- 20 b) formadores de carburos, mientras que para el análisis puntual 2 (zona de menor contraste) se tiene elementalmente oxígeno y silice (ver Figura 4- 20 c).

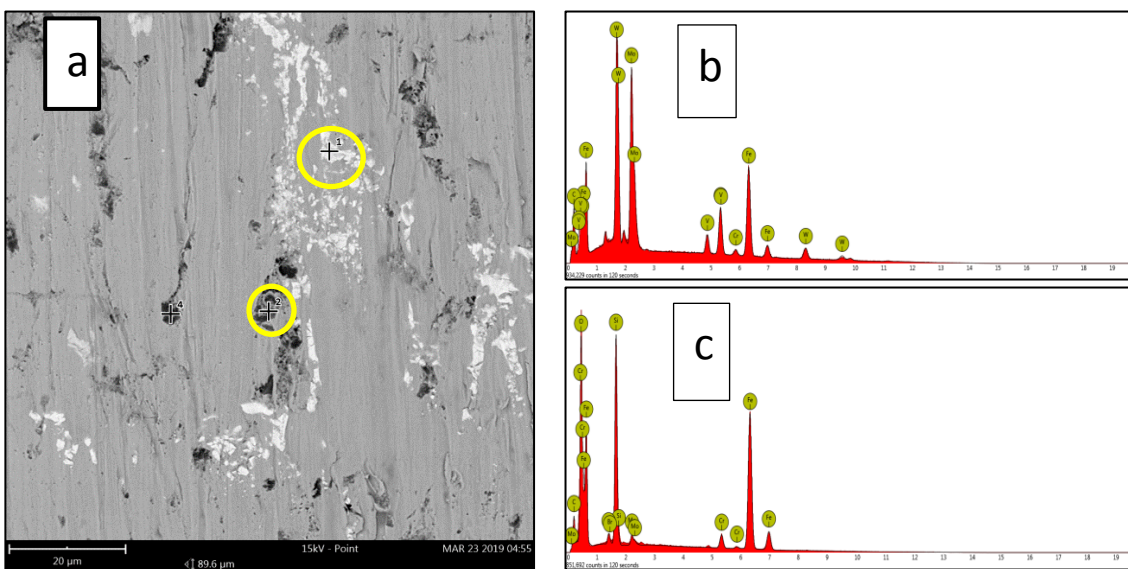


Figura 4- 20: (a) Análisis EDS puntual realizado a muestra sinterizada bajo atmósfera de control de N_2H_2 2000X. (b) Espectro de análisis EDS puntual 1 a muestra sinterizada bajo atmósfera de control de N_2H_2 . (c) Espectro de análisis EDS puntual 2 a muestra sinterizada bajo atmósfera de control de N_2H_2 .

Adicionalmente con el SEM se logró obtener un análisis de rugosidad a las superficies de desgaste teniendo que para la muestra sinterizada bajo atmósfera de vacío se tiene una rugosidad de 3.22 μm, para la muestra sinterizada bajo atmósfera control de argón se tiene una rugosidad de 1.72 μm y para la muestra sinterizada bajo atmósfera control de N_2H_2 se tiene una rugosidad de 2.46 μm.

4.4 Discusión de resultados

A partir de los resultados se establece que uno de los efectos del cambio de la atmósfera control sobre el material es la reducción de la porosidad, como se observa en la Figura 4-21, debido a que con el gas de N_2H_2 durante la sinterización se logra la reducción de óxidos en la superficie de las partículas contribuyendo al cierre de la porosidad y por ende se tiene un mayor transporte de masa. El mayor porcentaje de contracción volumétrica fue de 66 % para las muestras sinterizadas bajo atmósfera control de N_2H_2 .

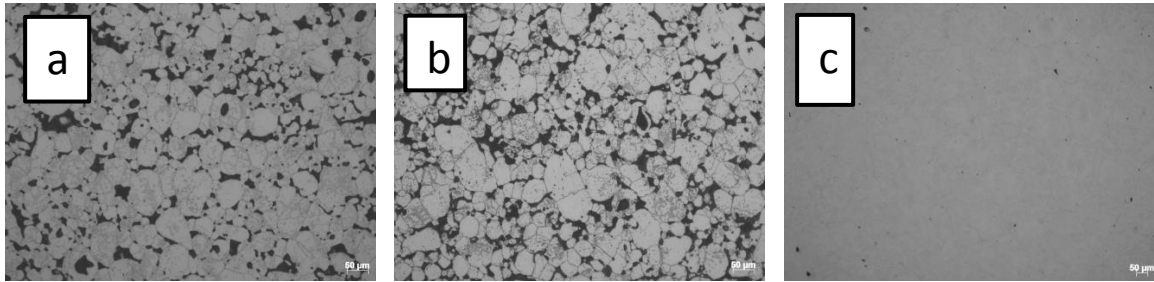


Figura 4- 21: Metalografías de porosidad de muestras sinterizadas (a) atmósfera de vacío, (b) atmósfera control de argón y (c) atmósfera control de N_2H_2 .

El cierre de la porosidad se debe principalmente al efecto termodinámico que genera la actividad de la atmósfera control de N_2H_2 dentro del material coadyuvado por la temperatura y la evaporación y condensación del gas, promoviendo el fenómeno de transporte de masa hacia el límite de grano [7]. Siendo una característica de la sinterización en fase líquida de este material [5] (segregación de carburos) como se aprecia en la Figura 4- 13 y Figura 4- 18 (a), junto con el reordenamiento atómico [28] debido a las vacancias y la reducción de los óxidos superficiales presentes en las partículas del polvo de partida tipo M. Caso contrario a cuando se sinteriza en atmósfera de vacío, que al no tener una atmósfera reductora como lo es el H^{+2} , la reducción es promovida por el Carbono ($C^{+2/+4}$) del acero, formando óxidos que inhiben el crecimiento del grano y por ende no se cierra la porosidad. Evidencia de ello se tiene en la Figura 4- 4 y Figura 4- 8.

Otro efecto favorable del uso de la atmósfera de N_2H_2 es que se logra controlar la descarbonación del material en los bordes de la muestra teniendo así una dureza homogénea de 594 HV a lo largo de la sección analizada de la muestra, es de resaltar que gracias a la formación de carburos se alcanzaron valores de microdureza elevados a pesar de ser frágil el material por la segregación de carburos en el límite de grano.

Como consecuencia de la pérdida de carbono, se reduce la dureza del material (atribuida a la fase martensítica de morfología gruesa observada ópticamente). Por lo que para el material sinterizado bajo atmósfera control de argón y atmósfera de vacío no se obtuvieron valores de microdureza elevada, sin embargo, esto es un efecto combinado entre la microestructura y el alto porcentaje de porosidad.

Como último efecto de la atmósfera control está el favorecimiento a la resistencia a la flexión para la atmósfera control de N_2H_2 en comparación a la atmósfera control de argón y vacío, que se atribuye como causal de favorecimiento el porcentaje bajo de porosidad ofreciendo mayor rigidez al material.

Respecto al ensayo de desgaste es evidente que el tipo de atmósfera si tendrá un efecto sobre la resistencia al desgaste del material, teniendo que la atmósfera control de argón en comparación con las demás atmósferas es la que favorece la resistencia al desgaste cuya pérdida volumétrica es de 8.63 mm^3 . Diferente a la muestra sinterizada bajo atmósfera control de N_2H_2 la cual al tener una microestructura que ofrece un comportamiento frágil facilitaba el desprendimiento del material, reduciendo por ende el volumen inicial lo que significa que su resistencia al desgaste es menor (ver Tabla 4- 4).

Así mismo, se puede afirmar que la porosidad podría favorecer la resistencia al desgaste, ya que cuando se desprendan partículas quedarán depositadas en la porosidad aumentando el área de contacto entre la superficie de la muestra y la rueda de goma, por lo tanto, mejora la resistencia del desgaste. Sin embargo, no se puede decir lo mismo de la muestra sinterizada bajo atmósfera control de N_2H_2 pues su porosidad es muy baja, es entonces cuando los carburos formados en la matriz martensítica aumentan la resistencia al desgaste. Lo que sí es de resaltar es que al incrementar la temperatura de sinterizado de $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ a $1375 \text{ }^\circ\text{C}$ se obtiene una microestructura homogénea con presencia de martensita y se reduce la pérdida volumétrica a pesar de contar con carburos segregados.

5.Fase III: Modelado del crecimiento del tamaño de grano

Cuando un material es sometido a efectos térmicos su microestructura cambia, modificando sus propiedades como también perjudicando otras, ello dependerá de su aplicación industrial y he aquí la importancia de controlar los cambios que genera la temperatura y el tiempo en la tasa del crecimiento de grano [7]. Ello dependerá de su aplicación industrial. Es por lo que al fabricarse un acero para herramientas se manifiesta una estrecha relación entre el tamaño del grano y la dureza de este, por lo que se debe estudiar el comportamiento del crecimiento de grano y controlar su engrosamiento mediante la selección de un modelo matemático que describa el comportamiento del engrosamiento del grano en función del tiempo. Lo anterior requeriría fabricar varias muestras para analizar el engrosamiento del tamaño de grano identificando así su propio comportamiento durante el crecimiento de grano.

La teoría de Ostwald Ripening [29] describe el crecimiento del grano, estableciendo la relación entre la temperatura y el tiempo, sin embargo, no es suficiente cuando se requiere describir un sistema de sinterizado de fase sólida y fase líquida, que es el caso del acero para herramientas obtenido por vía pulvimetalúrgica. El modelo planteado por Park et al [1] describe el crecimiento del tamaño de grano contemplando el sistema de sinterizado del material de estudio mediante la ecuación diferencial ordinaria de primer orden (ver Ecuación (5. 6)), que está en función de las variables tamaño de grano, la energía de activación del material, la constante de gases ideales, el factor pre-exponencial del crecimiento de grano y la temperatura en función del tiempo [8]. Por consiguiente, es necesario determinar dichas variables del acero para herramientas tipo M obtenido por vía pulvimetalúrgica mediante una curva experimental.

El planteamiento de la curva experimental partió de la identificación de cuál es la variable que tiene un efecto significativo en el crecimiento del tamaño de grano durante el proceso de fabricación del acero para herramientas tipo M obtenido por vía pulvimetalúrgica, que corresponde a la temperatura (Capítulo 4, página 63), siendo esta misma controlada en el ciclo de sinterizado. Las condiciones de fabricación del acero para herramientas tipo M corresponden a las establecidas en el Capítulo 2 página 77, que son presión de compactación de 750 MPa para ser sinterizada la muestra a una tasa de calentamiento de 10 °C/min, con una primera rampa de calentamiento hasta 400 °C sostenida por 20 minutos y una segunda rampa de calentamiento hasta 1375 °C mantenida por una hora (ver Figura 4- 1) bajo atmósfera control de N_2H_2 , que es inyectado aproximadamente a 650 °C.

Para la curva experimental, la selección del tamaño de paso h para realizar la medición del tamaño de grano se realizó en función del tiempo que dura el ciclo de sinterizado a partir de 900 °C y la cantidad de muestras a fabricar, teniendo presente que se requiere un error mínimo en la determinación de las derivadas a partir de la derivación numérica. En cuanto a la solución numérica de la Ecuación (5. 6) se emplea el solucionador ODE45 del software de MATLAB que se basa en la formulación explícita del método de Runge Kutta de quinto orden [30].

5.1 Modelo matemático

La fabricación del acero para herramientas por vía pulvimetalúrgica tiene como materia prima a los polvos pre-aleados, por lo tanto, el sistema de sinterizado se da en fase líquida y fase sólida. Diversos modelos matemáticos como el de Greenwood [31] se han planteado, sin embargo, los supuestos en los que se basan corresponden a que la fracción volumétrica tiene un valor de cero, la morfología de las partículas es esférica, el proceso se da por difusión controlada y con suficiente tiempo de sinterizado el sistema alcanzará el estado de equilibrio deteniéndose el crecimiento de grano [31], [32]. Adicionalmente se establece que el crecimiento de grano incrementa con el tiempo, expresado mediante la siguiente ecuación [32]:

$$G^3 = G_0^3 + K_{LSW}t \quad (5.1)$$

$$K_{LSW} = \frac{64DC\Omega\gamma}{9RT} \quad (5.2)$$

Donde G es el tamaño de grano, G_0 es el tamaño de grano inicial, K_{LSW} se obtiene mediante la Ecuación (5. 2) en la que D es la difusión, C es la solubilidad del grano en la matriz, Ω es el volumen molar, γ es la energía de activación superficial, R es la constante de gases ideales, T es la temperatura y t es el tiempo. A partir de lo anterior, fue necesario comprender el fenómeno del crecimiento de grano del material objeto de esta investigación para seleccionar un modelo matemático que describiese adecuadamente su comportamiento. Identificando entonces tres factores primordiales que tienen incidencia en el crecimiento del tamaño de grano del acero para herramientas pulvimetalúrgico, los cuales son:

- Fracción volumétrica sólida: Se cuenta con la presencia de fase sólida por consiguiente hay una fracción volumétrica que suele ser alta y no debe ser omitida en el planteamiento del modelo matemático que describe el crecimiento del tamaño de grano.
- Proceso de difusión: Durante el sinterizado se da la coalescencia de las partículas lo que implica que se da un constante cambio en la densificación del material. Como también que el crecimiento de grano está controlado por el proceso de difusión.
- Adicionalmente se determina que existe una relación lineal volumétrica del crecimiento del grano en función del tiempo, expresado mediante $G^3 = t$.

Es evidente que las anteriores afirmaciones están lejos de cumplir con la teoría planteada por Greenwood, Li Lifshitz y Slyozor. Park et al en su trabajo [1] afirman que tras varios experimentos y teorías planteadas la constante de proporcionalidad K es mayor a la expresada en la Ecuación (5. 2) y que en función del incremento volumétrico del grano respecto al tiempo se tiene que la tasa de crecimiento, dada por:

$$\frac{dG}{dt} = \frac{K}{G^2} \quad (5.3)$$

Donde K está dado por:

$$K_{LSW}f(Vl) \quad (5.4)$$

Siendo $f(Vl)$ la función que involucra la fracción volumétrica líquida, ello significa que ya se consideran las fases sólidas y líquidas. Por otro lado, las variables de la Ecuación (5.2), entre esas la difusión, presentan una alta dependencia de la temperatura que puede reducirse a una expresión mediante la ley de Arrhenius estableciendo la relación con K de la siguiente manera:

$$K = k_0 \exp\left(-\frac{Q_g}{RT}\right) \quad (5.5)$$

Para luego sustituir la Ecuación (5.5) en la Ecuación (5.3) y obtener el modelo matemático planteado por Park et al [1], que corresponde a:

$$\frac{dG}{dt} = \frac{k_0}{3G^2} \exp\left(-\frac{Q_g}{RT}\right) \quad (5.6)$$

Donde k_0 es el factor pre-exponencial en $\mu\text{m}^3/\text{s}$, G es el tamaño de grano expresado en μm , G_0 es el tamaño de grano inicial expresado en μm , Q_g es la energía de activación expresada en kJ/mol , R es la constante universal de los gases con un valor de 8.134472 J/K mol y T es la temperatura absoluta. La siguiente expresión, que depende únicamente del tamaño de grano, energía de activación y factor pre-exponencial, corresponde a la denominada “*Curva Maestra*” o ecuación analítica:

$$G = \sqrt[3]{G_0^3 + \int_0^t K_0 \exp\left(-\frac{Q_g}{RT}\right) dt} \quad (5.7)$$

Entonces la constante K_0 denominada factor pre-exponencial tiene una dependencia exponencial de la temperatura absoluta, la cual se puede determinar a partir de la ecuación diferencial ordinaria (EDO) que describe el crecimiento del tamaño de grano [7] en función del tiempo. Para obtener la ecuación que describa el cambio de temperatura en función del tiempo se recurrió a la curva del ciclo de sinterizado de la Figura 4-1, de tal manera que el ciclo de sinterizado se divide en dos ciclos térmicos, el primero corresponde a la

rampa de calentamiento que parte desde la condición inicial de 900 °C y el segundo a la isoterma a 1375 °C.

5.2 Curva experimental del tamaño de grano

El modelo matemático planteado en la sección anterior requiere de la determinación de dos parámetros de difusión que se pueden obtener experimentalmente. Es por ello que, a partir de los parámetros de fabricación del acero para herramientas tipo M correspondientes a presión de compactación de 750 MPa, temperatura de sinterizado de 1375 °C y atmósfera control de N_2H_2 , estando las muestras depositadas en cajas de grafito se debe de determinar el tamaño de paso en el que se realizarán las mediciones del grano y así obtener los parámetros de difusión.

Debido a que el ciclo de sinterizado para la caracterización del tamaño de grano tiene un tiempo de 108 min, se evalúa cuantas variaciones del número de muestras a fabricar se pueden tener en función del tiempo, dichas variaciones en cantidad de muestras son 37, 19, 10 y 5. Se determina que 37 y 19 muestras implicaría un alto costo de recursos de materia prima y uso de equipos para la obtención de metalografías, por otra parte, 5 muestras no son suficientes si se desea tener un error bajo en un ajuste de curva, de modo que esas opciones son descartadas quedando 10 muestras.

En cuanto a las derivadas numéricas requeridas para la obtención de los parámetros de difusión, se puede determinar el error de truncamiento a partir del valor máximo de la tercera derivada evaluado en el intervalo de tiempo de 0 a 108 min, denominado M en la Ecuación (5. 8) [33]. Teniendo entonces un error de truncamiento con un tamaño de paso h , de 12 min correspondiente a la curva experimental del 50 %.

$$\varepsilon = \frac{Mh^3}{3} \quad (5. 8)$$

El error de las derivadas requeridas para la obtención de los parámetros de difusión a partir de la curva experimental tendrá un comportamiento en el que un tamaño de paso mayor representa errores mayores, de modo que con 12 min se tendrán errores relativamente altos en las derivadas numéricas en comparación de un paso de 3 min. Se fabricaron 10 muestras para la medición del tamaño de grano a diferentes temperaturas del ciclo de

sinterizado (ver Figura 5- 1). Se parte de la condición inicial de un tamaño de grano de 2.42 μm correspondiente a los 900 °C del ciclo de sinterizado, debido a que entre los 800 °C y 900 °C el tamaño de grano de un acero para herramientas comienza a crecer. El tamaño de grano se midió según la ASTM E112 [24] con el procedimiento de planimetría, que consiste en realizar el conteo de los granos que están interceptados por el borde de la imagen MO como también los granos que están dentro.

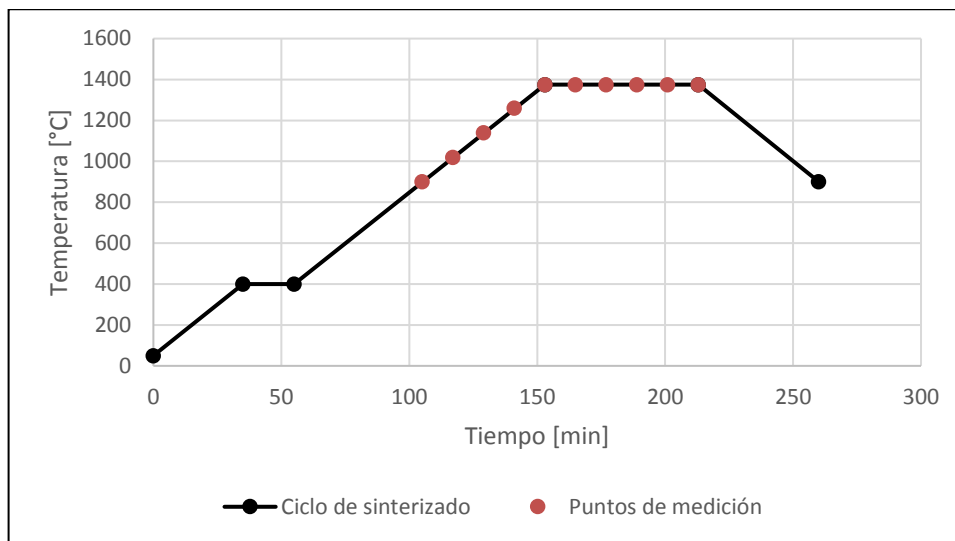


Figura 5- 1: Puntos de medición del tamaño de grano de la curva experimental.

5.3 Método numérico

En la solución de modelos matemáticos que describan el comportamiento de un fenómeno en problemas de ingeniería se usa el método de Runge Kutta cuando se tienen ecuaciones diferenciales ordinarias. Al seleccionar el modelo matemático de la ecuación (5. 6) es claro que se tiene una ecuación cuya variable dependiente está en función del incremento temporal, de modo que el método de Runge Kutta puede ser implementado. También porque comparado con otros métodos numéricos como el de Euler o Heun sin iteraciones, se obtienen errores relativos menores logrando mayor exactitud [34].

El solucionador ODE45 de orden medio es usado, ya que se basa en la formulación explícita del método de Runge Kutta de orden 5(4), al que se le define un paso inicial y a partir de ello realiza la adaptación de paso buscando la reducción del error [30]. La estructura de ejecución del solucionador requiere de tres parámetros de entrada, el primero

corresponde a la función de la ecuación diferencial ordinaria de estudio que vendría siendo la expresión de la ecuación (5. 6), el segundo es el tiempo que vendría a estar contemplado en dos intervalos correspondientes a la ecuación ((5. 9) y el tercero es la condición inicial que corresponde al tamaño de grano inicial de $G(0) = 2.42 \text{ } \mu\text{m}$ obtenido experimentalmente con la medición del tamaño de grano de la muestra compactada y sinterizada a $900 \text{ } ^\circ\text{C}$ [8].

$$\begin{aligned} T [^\circ\text{C}] &= 7.9167t + 520 & 0 \text{ min} \leq t \leq 48 \text{ min} \\ T [^\circ\text{C}] &= 1375 & 48 \text{ min} < t \leq 108 \text{ min} \end{aligned} \quad (5. 9)$$

5.4 Resultados

La solución de la ecuación diferencial que describe el crecimiento del tamaño de grano requiere de la determinación de los valores de variables experimentales de difusión. Por tal motivo se presentan primero los resultados de la curva experimental, luego los del método de Runge Kutta y finalmente los de la solución analítica. Mostrando que la solución del modelo matemático planteado por Park et al [1] fue validada con la curva experimental.

5.4.1 Curva experimental

Para el análisis del tamaño de grano se requirió de la preparación metalográfica de las muestras, haciendo el debido corte longitudinal radial para empastillar la muestra y luego pulirla hasta alcanzar el brillo espejo para ser finalmente atacada con nital evitando revelar las fases, debido a que si ello ocurre no quedarían visibles los bordes de grano. La caracterización del tamaño de grano se realizó según el procedimiento planimétrico de la ASTM E112 [24], los valores con sus respectivas incertidumbres se encuentran registrados en la siguiente tabla:

Tabla 5- 1: Resultados del tamaño de grano experimentales.

Tiempo [min]	d_{prom} [μm]	Desviación estándar [μm]
0	2.42	0
12	4.88	0.23
24	6.94	0.06
36	10.84	0.19
48	33.00	0.37
60	36.6	1.23
72	68.3	0.20
84	59.46	0.44
96	65.9	0.46
108	75.5	0.12

En la Figura 5- 2 y Figura 5- 3 se aprecia cualitativamente el crecimiento del tamaño de grano por medio de las metalografías donde, a medida que incrementa la temperatura el tamaño de grano incrementa. Como se aprecia en la Figura 5- 2 (a) el tamaño de grano correspondiente a 900 °C es 2.42 μm , transcurrido el tiempo del ciclo de sinterizado hasta alcanzar la temperatura de 1260 °C se tiene un tamaño de grano de 10.84 μm (ver Figura 5- 2 d), para finalmente tener a 1375 °C con un sostenimiento de una hora, un tamaño de grano de 75.5 μm con porosidad de 0.14 %.

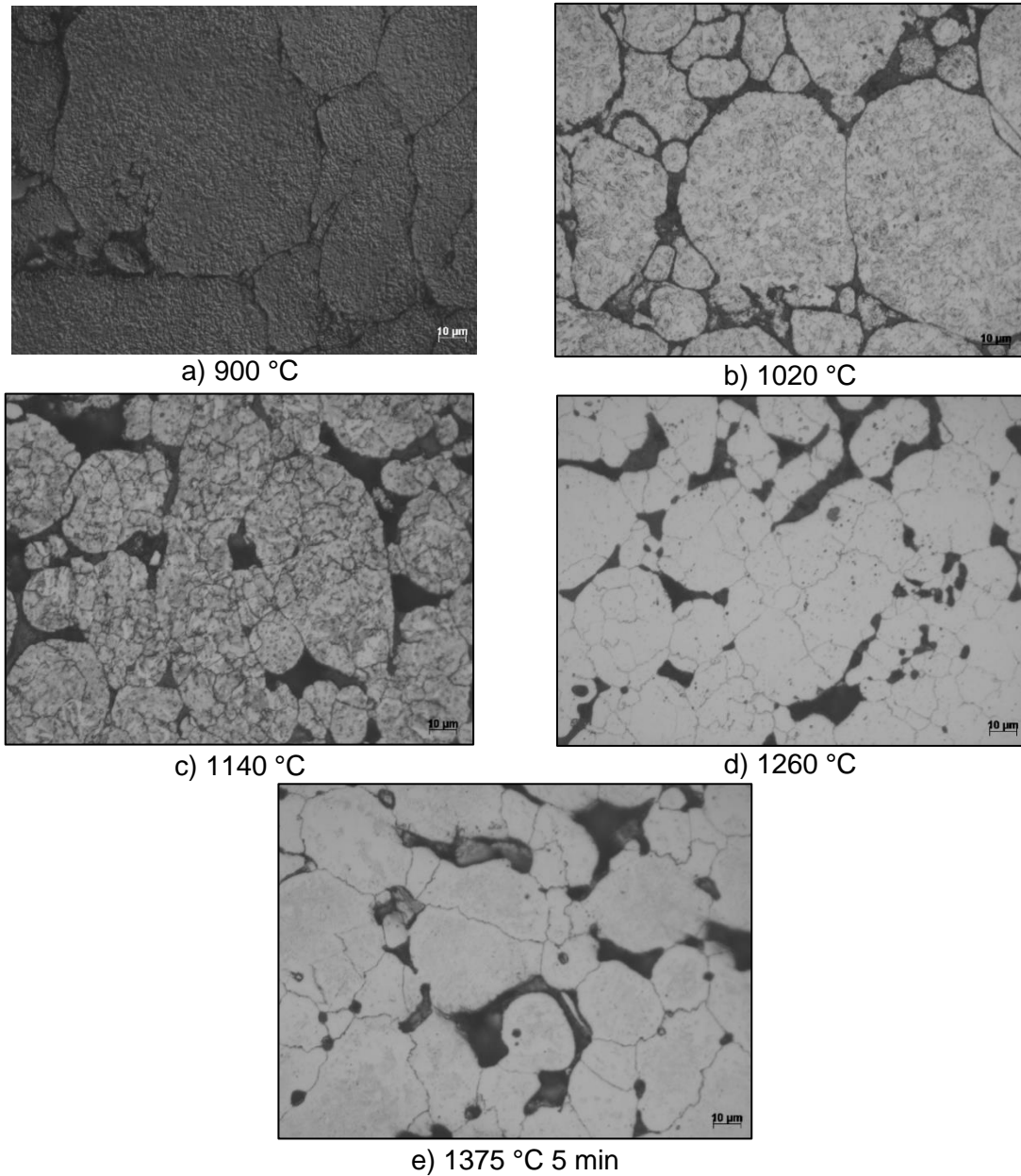


Figura 5- 2: Metalografías de cada punto de medición en la rampa de calentamiento, revelando el borde de tamaño de grano a 1000X.

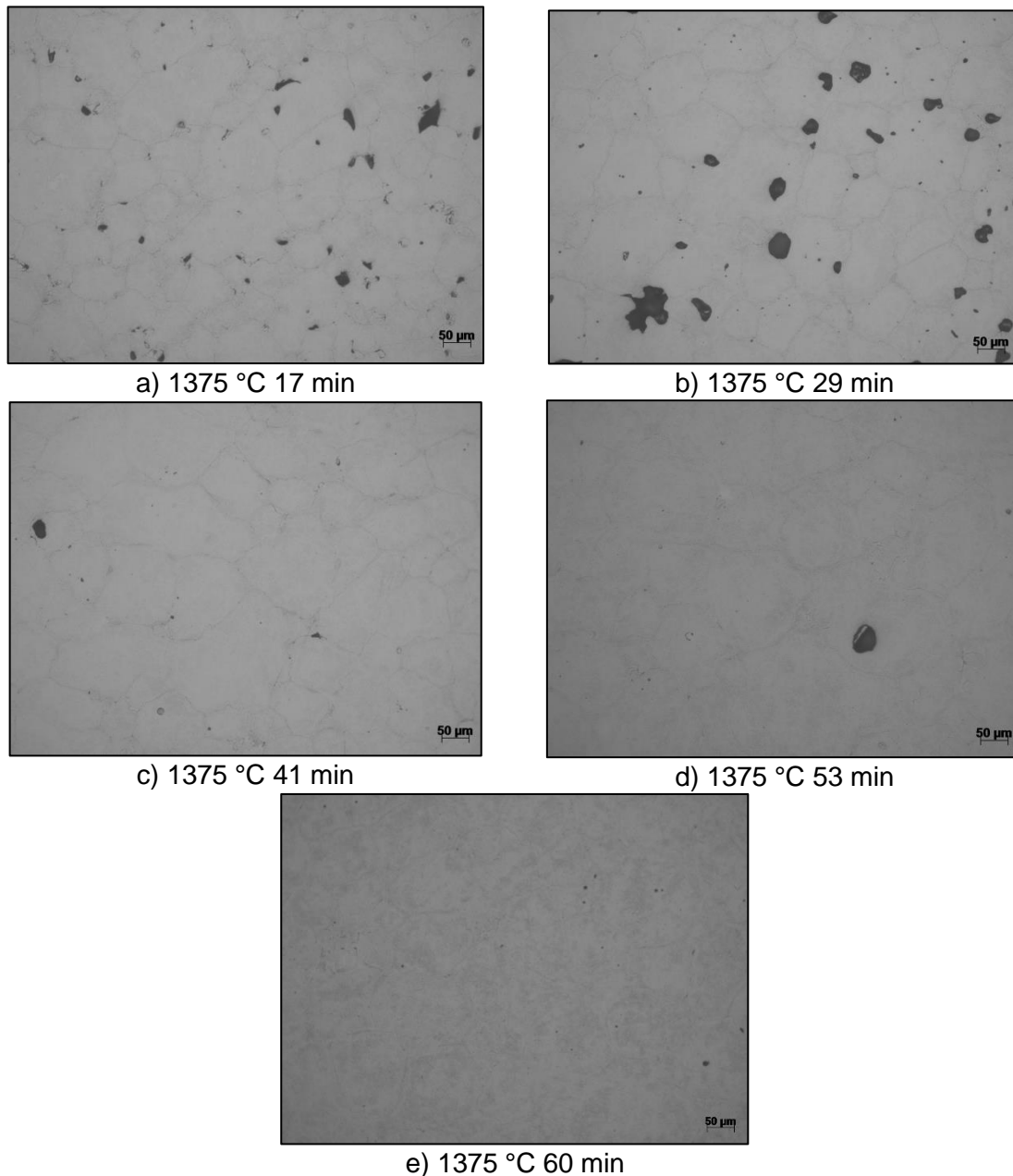


Figura 5- 3: Metalografías de cada punto de medición en la isoterma, revelando el borde de tamaño de grano a 200X.

A partir de la curva del crecimiento de grano experimental se determinan los valores de k_0 que es el factor pre-exponencial del crecimiento del grano expresado en $\mu\text{m}^3/\text{s}$ y Q_g la energía de activación expresada en kJ/mol. De tal manera que se grafican los valores de $1/T$ correspondientes a la temperatura de cada instante en el tiempo en el que se midió el tamaño de grano versus los resultados de las derivadas con derivadas numéricas divididas

hacia atrás que es la primera aproximación dividida en $h = 12 \text{ min}$ (Ecuación (5. 10)), con derivadas numéricas centradas que son las aproximaciones divididas dos veces h (Ecuación (5. 11)) y derivadas numéricas hacia delante. Obteniendo entonces la gráfica de la Figura 5- 4

$$f'(G_i) = \frac{f(G) - f(G_{i-1})}{h} \quad (5. 10)$$

$$f'(G_i) = \frac{f(G_{i+1}) - f(G_{i-1})}{2h} \quad (5. 11)$$

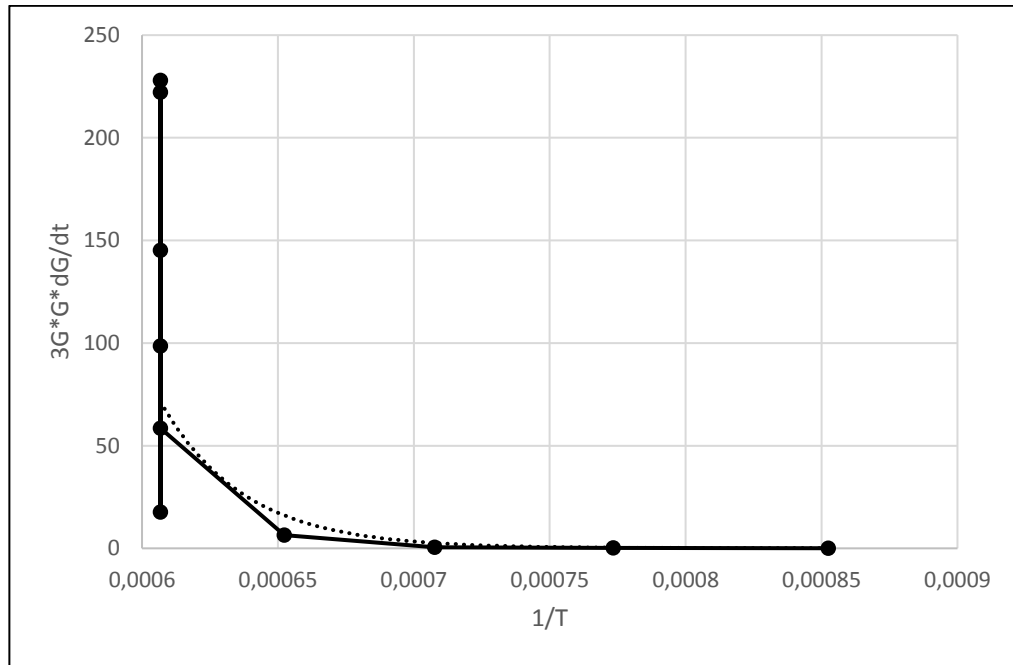


Figura 5- 4: Ajuste de curva experimental para encontrar k_0 y Q_g .

Determinando entonces la tasa de crecimiento para cada punto de medición del tamaño de grano, que luego se multiplican por $3G^2$ en donde G es el tamaño de grano en el instante de tiempo como lo describe la Ecuación (5. 12).

$$\frac{3G^2 dG}{dt} = k_0 \exp\left(-\frac{Q_g}{RT}\right) \quad (5. 12)$$

Donde, con la ecuación (5. 13) que se obtuvo al establecer la línea de tendencia se tiene la función exponencial $y(x)$, donde y es la variable dependiente del tiempo expresada como la tasa de cambio de crecimiento de grano multiplicada por el factor que corresponde

al término del lado izquierdo de la Ecuación (5. 12) y x al termino exponencial del lado derecho de la misma ecuación reducido a la expresión de $1/T$.

$$\frac{3G^2 dG}{dt} = 3 \times 10^{10} \exp^{-32812 \frac{1}{T}} \quad (5. 13)$$

El valor de la constante k_0 corresponde al factor multiplicativo de la función exponencial. Adicionalmente, con el valor exponencial de 32812 se obtiene el valor de la energía de activación mediante la siguiente expresión:

$$Q_g = 32812 * 8.314472 \frac{J}{mol K} \quad (5. 14)$$

Teniendo entonces que el factor pre-exponencial del crecimiento del grano tiene un valor de $3 \times 10^{10} \mu m^3/s$ y la energía de activación un valor de 266.91 kJ/mol, que al comparar con los resultados de Randall German en uno de sus trabajos realizado con la inyección por molde del acero para herramientas M2 [7], se tiene un valor cercano de la energía de activación que uso de 220 kJ/mol. En cuanto al R cuadrado de 0.889 indica que las estimaciones de la curva se ajustan un 89 %.

5.4.2 Solución numérica y analítica

La solución de la ecuación diferencial ordinaria (5. 6) con el solucionador ODE45 del software de MATLAB se presenta en la Figura 5- 5 junto con la curva experimental del crecimiento del tamaño de grano, observando que el crecimiento del grano es exponencial a medida que incrementa el tiempo. El número de pasos totales de la solución numérica fueron 291 para la rampa y para la isoterma 66 pasos, dejando evidencia entonces de la adaptación de paso.

En cuanto a la curva de error relativo respecto a la curva experimental, ver Figura 5- 6, se tiene que para los tiempos de 24 y 36 minutos los valores medidos presentan errores mayores al 25 % y para los tiempos de 60 y 72 minutos hay errores mayores al 10 %. Siendo así, se realizó el análisis de RMS (Root Mean Square de sus siglas en inglés) con la Ecuación (5. 15) teniendo un valor de $7.5 \mu m$ y R^2 con la Ecuación (5. 16) teniendo que la bondad de ajuste a la curva es de 0.92.

$$RMS = \sqrt{\frac{(\sum_{i=1}^n G_{experimental} - G_{numérico})^2}{n}} \quad (5.15)$$

$$R^2 = \frac{\sum(G - \bar{G})(t - \bar{t})}{\sqrt{\sum(G - \bar{G})^2 \sum(t - \bar{t})^2}} \quad (5.16)$$

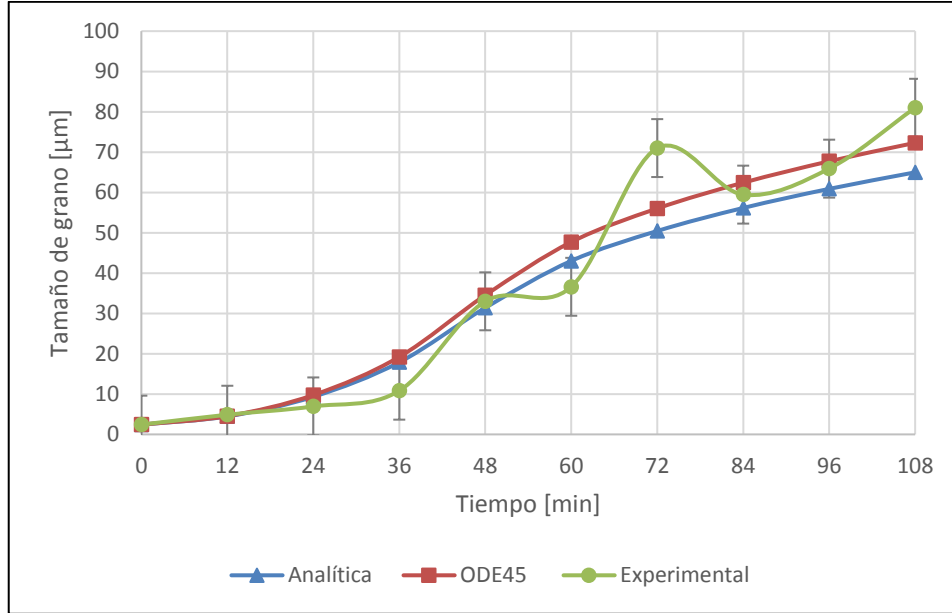


Figura 5- 5: Valores de tamaño de grano obtenidos por el solucionador ODE45, solución analítica y valores experimentales.

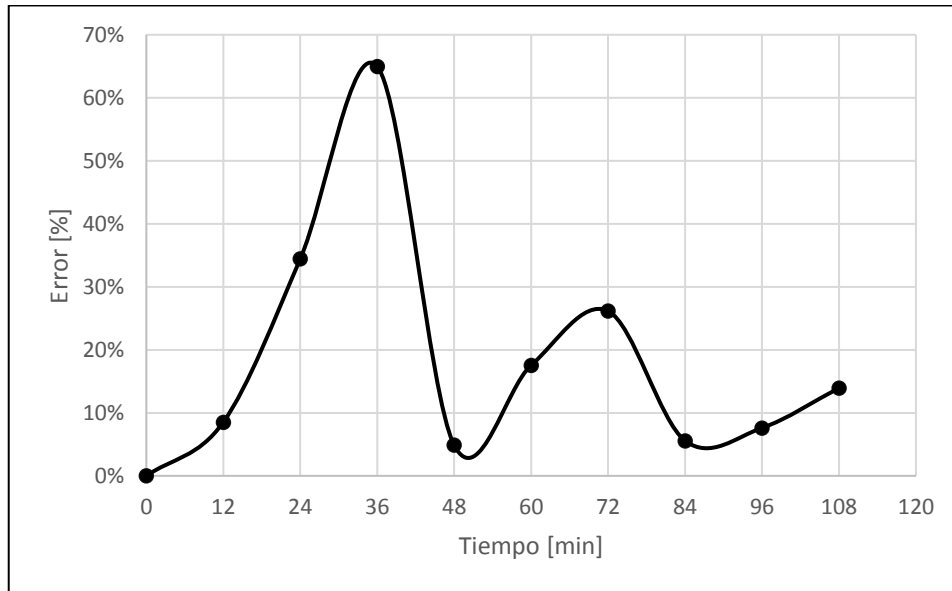


Figura 5- 6: Errores relativos de la curva del tamaño de grano obtenida por el método numérico versus la curva experimental.

Resolviendo la integral de la Ecuación (5. 7) para el ciclo térmico usado junto con el valor del tamaño de grano de condición inicial, definida de 0 minutos a 48 minutos se tiene la siguiente ecuación:

$$G = \sqrt[3]{G^3 + \Phi} \quad (5. 17)$$

Donde Φ es igual a:

$$\Phi = k_0 \left(\frac{10000 \exp \left(-\frac{Q_g}{R \left(\frac{1649t}{10000} + 1173 \right)} \right) \left(\frac{1649t}{10000} + 1173 \right)}{1649} + \frac{10000Q_g Ei - \frac{Q_g}{R \left(\frac{1649t}{10000} + 1173 \right)}}{1649R} \right) \quad (5. 18)$$

Y para la isoterma en el intervalo definido entre 0 y 108 minutos se tiene la siguiente ecuación:

$$G = \sqrt[3]{G_i^3 + K \exp \left(\frac{Q_g}{RT} \right) t} \quad (5. 19)$$

Solucionando la Ecuación (5. 17) y Ecuación (5. 19) en función del tiempo se tienen valores de tamaño de grano notoriamente cercanos a la solución numérica como se aprecia en la Figura 5- 1.

5.5 Discusión de resultados

La validación de la solución del modelo matemático de la Ecuación (5.6) requiere del estudio del error relativo, de modo que al tener 4 valores de tamaño de grano con un error relativo mayor al 10 % como se evidencia en la Figura 5- 6, fue pertinente realizar un segundo de análisis de error tipo RMS en el que se evaluó el intervalo de error. Los valores de tamaño de grano correspondientes a 24 y 36 minutos están dentro del RMS, mientras que para los valores a 72 y 60 minutos los valores de tamaño de grano del modelo matemático están fuera. Esto indica que hay 8 valores de tamaño de grano de la solución del modelo matemático que se correlacionan adecuadamente a la curva experimental acorde al error RMS. Considerando que hay una desviación entre valores del tamaño de

grano experimental y los de la solución del modelo matemático (Ecuación (5.6)) se evalúan cuáles son las contribuciones al error.

En primera instancia está el número de pruebas realizadas, es decir, al tener una sola muestra sinterizada por cada punto de medición experimental del tamaño de grano no hay reducción del error. Caso contrario si se contara con 3 réplicas en cada punto. En segunda instancia se atribuyen errores asociados a las cajas de grafito y su ciclo de vida pues, de ello dependerá si hay o no densificación de las muestras afectando el crecimiento del grano. Finalmente, está la precisión del programador del horno, ya que hay una diferencia con la temperatura registrada por las termocuplas y la temperatura del controlador.

En cuanto al coeficiente de determinación R^2 , se tiene que la Ecuación (5.6) describe el crecimiento de grano con un ajuste de bondad de curva de un 92 %, las razones por las que R^2 no puede ser 1 se asocian con variables experimentales que no se pueden controlar o mantener fijas, como la presión de entrada del gas el cual favorece al intercambio de masa y por ende crecimiento de grano, la mezcla del gas, el ciclo de vida de las cajas de grafito que actúan como controladores de la descarburación de la muestra, el establecer que la energía de activación y factor pre-exponencial son constantes y contar con la fabricación de una sola muestra para la medición del grano.

De tal manera que para disminuir los errores y mejorar el coeficiente de determinación se podría determinar experimentalmente la energía de activación y factor pre-exponencial correspondiente a la fase líquida y fase sólida para el modelo matemático planteado por Park a pesar de que lo definen como valores constantes, debido a que a medida que hay el crecimiento de grano la energía de activación va a ir disminuyendo. Como también usar un tamaño de paso óptimo que permita tener errores de truncamiento de alrededor de 1 %, lo que corresponde a 3 min, obtenido al despejar la Ecuación (5. 8). Entonces, si se busca tener una fuerte relación con el comportamiento del tamaño de grano real es necesario fabricar más de 10 muestras.

6.Fase IV: Tratamientos térmicos

Los aceros para herramientas son tratados térmicamente mediante temple, revenido y recocido por globulización [10]. Lo que se busca con los tratamientos térmicos es aumentar la dureza del acero reduciendo las tensiones, realizar endurecimientos secundarios y también mejorar su maquinabilidad antes de realizar el temple y revenido posterior, que debe tener todo acero para herramientas. El temple de un material se realiza para transformar la austenita formada, gracias a las altas temperaturas, en martensita con una dureza mayor en el acero; ello se da en la zona de transformación de austenita en la que es inestable. El revenido es el tratamiento posterior al temple, genera un endurecimiento secundario, define la estructura y propiedades de dureza del acero [35] y elimina distorsiones [10]. Para poder definir la temperatura de austenización se recurre a los diagramas temperatura, tiempo y transformación (TTT). A continuación, se muestran los dos diagramas TTT usados como referencia:

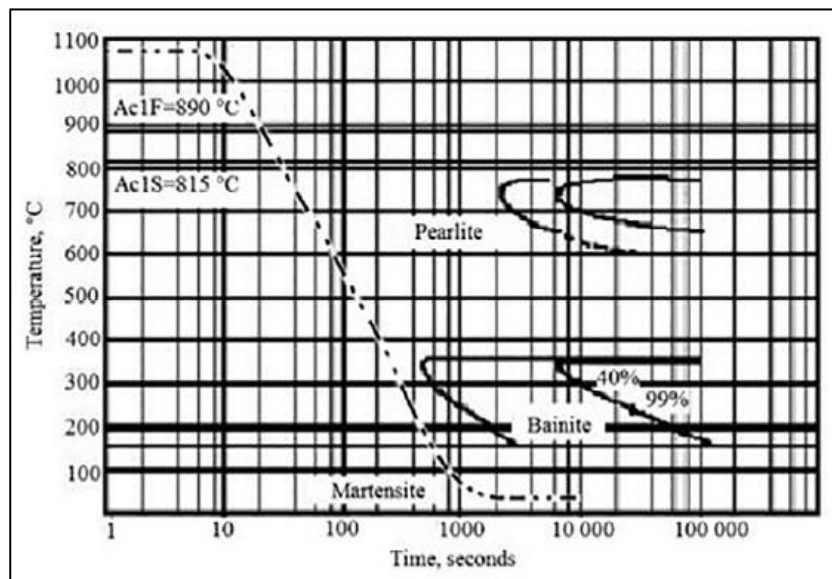


Figura 6- 1: Diagrama IT de acero AISI M 2:3 HSS [35].

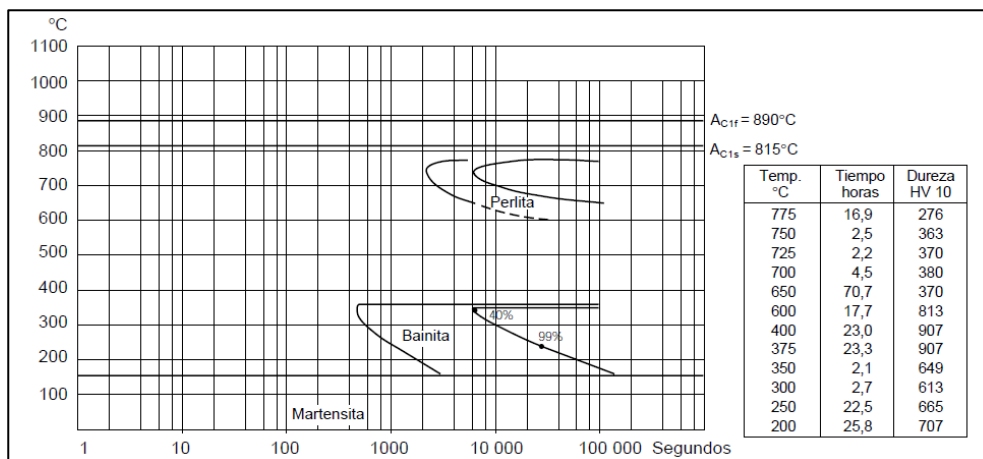


Figura 6- 2: Diagrama TTT VANADIS 23 Super Clean [36].

Ahora, para el recocido de globulización, cuando el acero es llevado a una temperatura mayor a la de austenización, debido a que se busca la mayor cantidad de presencia de austenita [37], es recomendable realizar seguido de ello un tratamiento isotérmico a 37.7 °C por debajo de la temperatura de austenización [35] durante un largo tiempo, para que ocurra la transformación de los carburos laminares a esferoidales o globulares.

Las muestras que serán sometidas a tratamientos térmicos son las obtenidas por la ruta de fabricación de presión de compactación de 750 MPa, con temperatura de sinterizado

de 1375 °C bajo atmósfera variable. El tratamiento realizado a las muestras sinterizadas bajo la atmósfera de vacío y atmósfera control de argón y N_2H_2 fue el temple (ver Figura 6-1), con el fin de identificar los efectos que tiene para el sinterizado del acero. El temple fue realizado en la mufla Thermo Scientific™ Thermolyne™, llevándola una temperatura de 650 °C mantenido por 5 minutos para introducir las tres muestras depositadas con grafito, cada una correspondiente a las atmósferas variables, para luego ser llevada la mufla a 850 °C, mantenida por 5 minutos y finalmente al alcanzar los 1150 °C se mantiene por 5 minutos dicha temperatura y se realiza el enfriamiento rápido en agua.

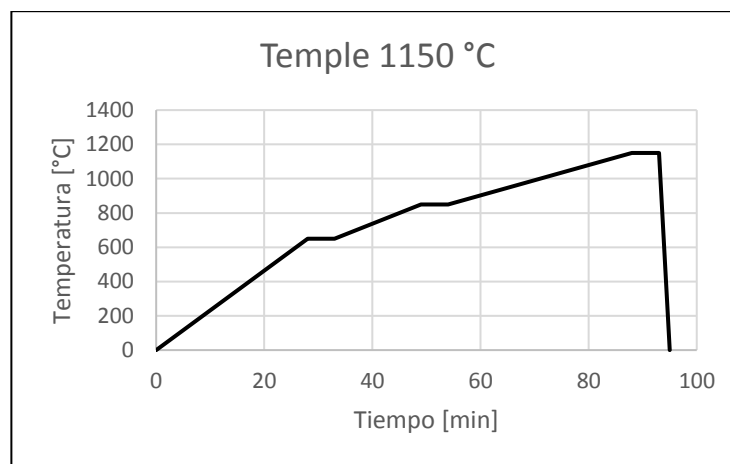


Figura 6- 3: Tratamiento térmico Temple/piloto a 1150 °C.

Los resultados del temple se aprecian en las metalografías de la Figura 6- 4, donde es evidente la presencia de óxido en las muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío y atmósfera control de argón debido al alto porcentaje de porosidad que presentan. A partir de los resultados del ensayo de dureza registrados en la Tabla 6- 1, se observa que para la atmósfera de vacío y atmósfera control de argón la dureza disminuyó respecto a las muestras sinterizadas (ver Tabla 4- 2), no obstante, la dureza de la muestra sinterizada bajo atmósfera control de N_2H_2 incrementó su valor de dureza al ser templada.

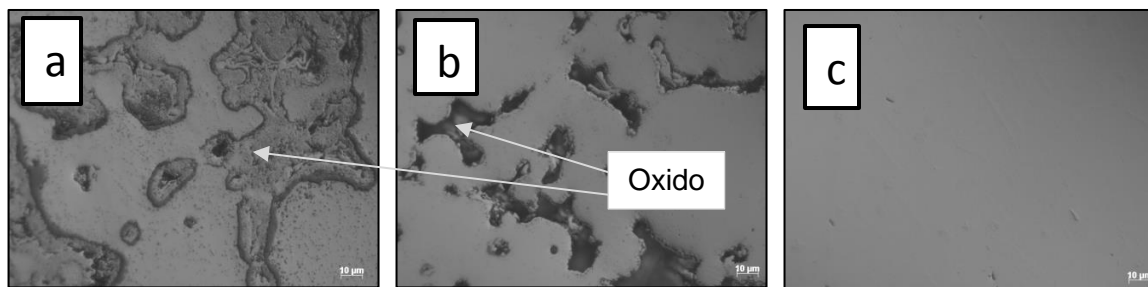


Figura 6- 4: Imágenes de microscopía óptica de muestras templadas a 1000X (a) atmósfera de vacío, (b) atmósfera control de argón y (c) atmósfera control de N_2H_2 .

Tabla 6- 1: Resultados de dureza de muestras sinterizadas bajo atmósfera variable tratadas térmicamente con temple a 1150 °C en agua.

Muestras templadas a 1150 °C			Dureza promedio [HV]	Desviación estándar [HV]
Presión de compactación [MPa]	Temperatura de sinterizado [°C]	Atmósfera control		
750	1375	Vacío	204	20
750	1375	Argón	192	30
750	1375	N_2H_2	714	119

Por lo tanto, los tratamientos térmicos para el acero para herramientas obtenido por vía pulvimetalúrgica se realizarán solamente para las muestras sinterizadas bajo atmósfera control de N_2H_2 , al presentar un incremento en la dureza de 594 HV a 714 HV con temple.

6.1 Temple y revenido

Para el temple de las muestras se realiza una modificación respecto al descrito en la sección anterior, se aumenta la temperatura esperando encontrar incremento en los valores de dureza. Teniendo entonces que se calienta el horno a 600 °C depositando dos muestras con grafito para mantenerlas a dicha temperatura por 10 minutos, luego se lleva a 800 °C a una tasa de 9 °C/min mantenido por 10 minutos para ser llevado finalmente a

una temperatura de austenización de 1200 °C [10] por 7 minutos (ver Figura 6- 5), para ser enfriada solamente una muestra en aceite Shell Voluta C202 a 60 °C.

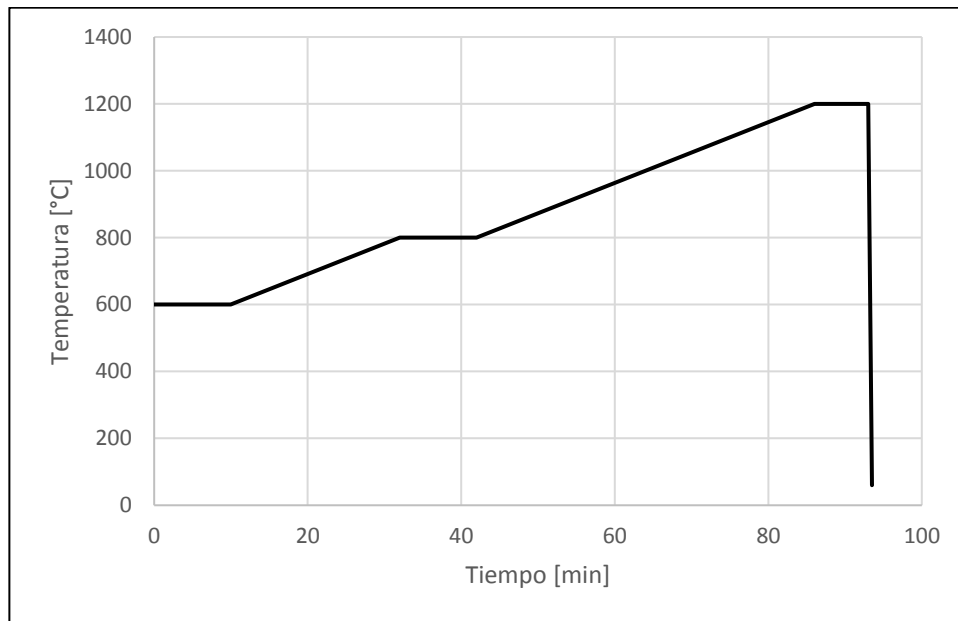


Figura 6- 5: Temple a 1200 °C de muestras sinterizadas bajo atmósfera control de N_2H_2 .

La otra muestra es llevada a un segundo horno TKF Engineering & Trading, Ltda de 220 voltios con 3 fases, que es precalentado a 525 °C como temperatura de revenido dejándola por 2 horas, luego se enfría en aceite a 60 °C. Dicho proceso se repite dos veces más, teniendo entonces tres revenidos al ser un acero rápido [10], como se muestra en la siguiente figura:

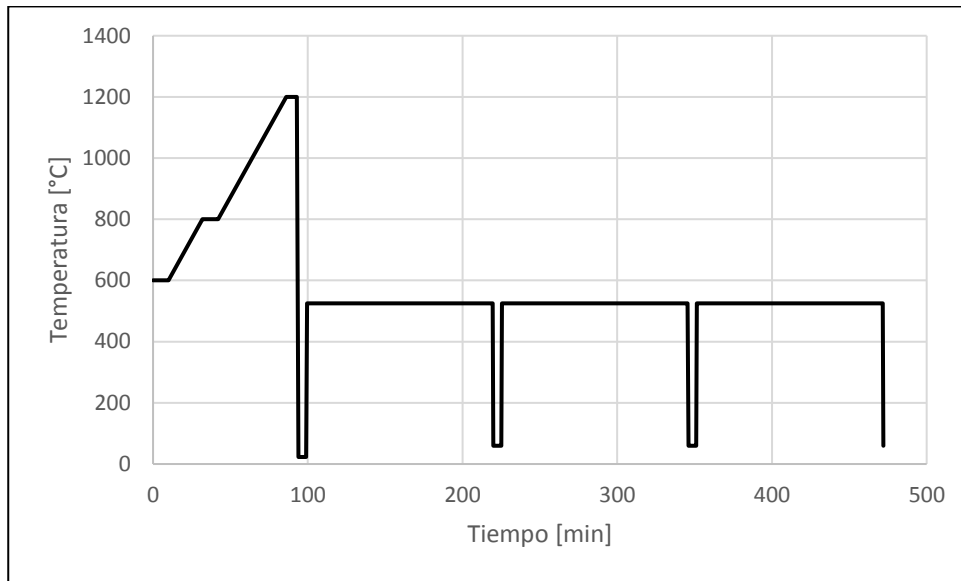


Figura 6- 6: Temple a 1200 °C y revenido a 525 °C de muestras sinterizadas bajo atmósfera control de N_2H_2 .

6.2 Recocido de globulización

Para el recocido de globulización la temperatura seleccionada fue de 40 °C por debajo de la temperatura de austenización correspondiente a 820 °C [38], [36], [35]. Por lo tanto, la isoterma del globulizado es a 780 °C. Se plantearon tres tiempos diferentes con el fin de seleccionar el que mejor resultado tuviese respecto a la esferoidización de los carburos, estableciendo 24, 36 y 48 horas. Lo anterior se debe a que Gajanan [38] en su tesis concluye que el globulizado isotérmico de 24 y 36 horas con enfriamiento en el horno tuvo los mejores resultados en comparación al recocido cíclico.

La mufla donde se realiza el tratamiento térmico es precalentada a 800 °C depositando entonces las muestras con grafito, para luego ser llevada hasta 1050 °C a una tasa de 9 °C/min mantenido por 15 minutos. Después se lleva a la temperatura de recocido de 780 °C dejándolo por 24, 36 y 48 horas y finalmente se enfrían las muestras en el horno.

Solamente la muestra de 36 horas fue enfriada a temperatura ambiente, las dos restantes se enfriaron en el horno.

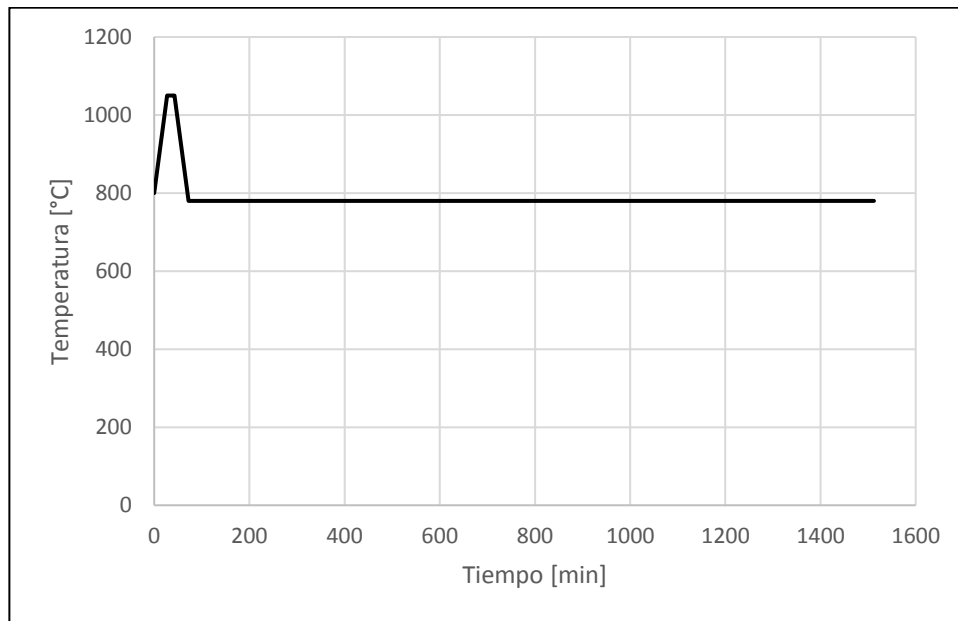


Figura 6- 7: Recocido de globulizado a 780 °C por 24 horas.

6.3 Microestructura

6.3.1 Temple

Analizando la microestructura de la muestra templada correspondiente a la Figura 6- 8 se encuentra que aún hay segregación de los carburos en el límite de grano sin disolver, presencia de martensita de morfología acicular correspondiente a las zonas de medio

contraste [10], [37], como se observa en la Figura 6- 8. El tamaño de grano promedio equivale a 81.22 μm .

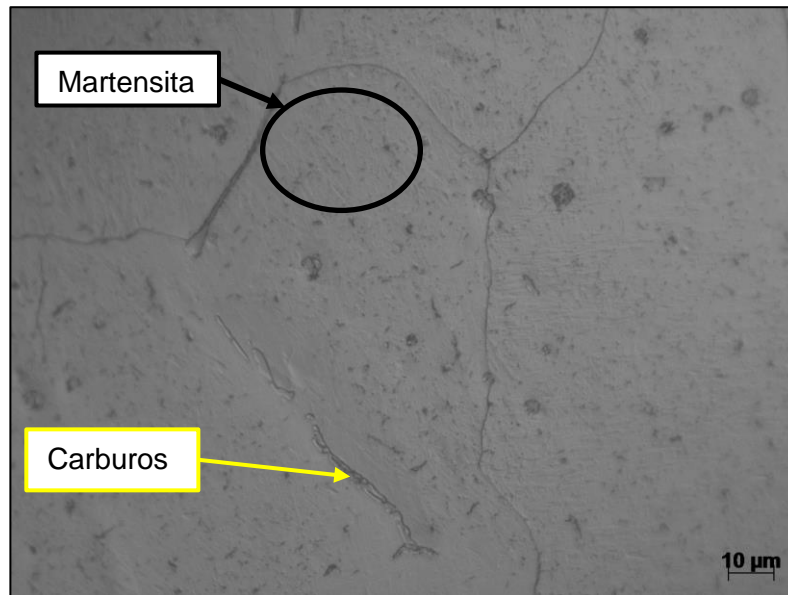


Figura 6- 8: Metalografía de acero pulvimetalúrgico tratado térmicamente con temple a 1200 °C a 1000X.

6.3.2 Temple y revenido

En comparación a la microestructura del acero templado, la microestructura obtenida por el revenido es homogénea, acorde a la Figura 6- 9 se aprecia que la martensita revenida es más fina. La muestra tuvo un tamaño de grano de 57.44 μm .

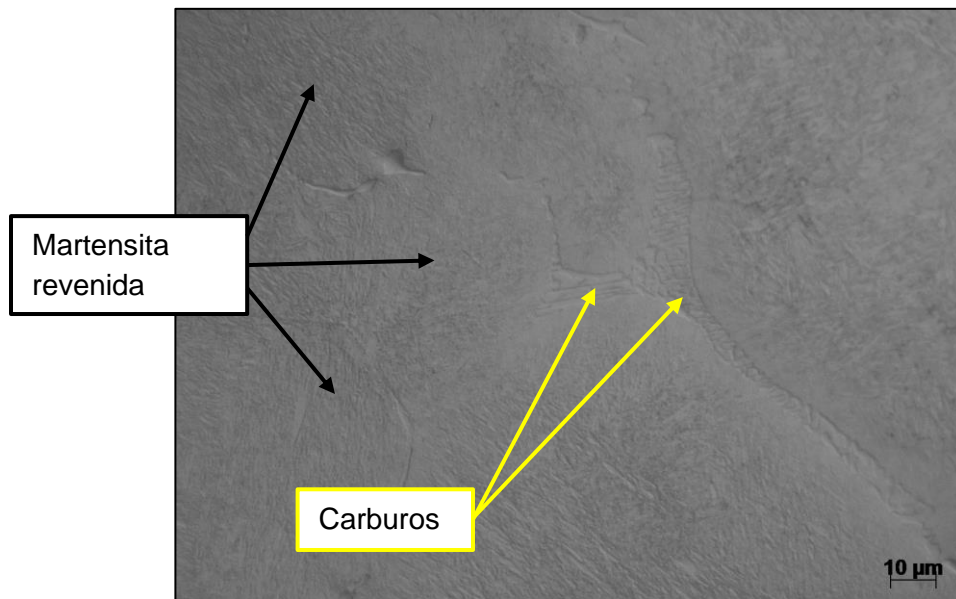


Figura 6- 9: Metalografía de acero pulvimetalúrgico tratado térmicamente con temple a 1200 °C y tres revenidos a 525 °C a 1000X.

6.3.3 Recocido por globulización a 24, 36 y 48 horas

El análisis de las muestras sometidas a recocido por globulización se realizó con la obtención inicial de metalografías, a través del microscopio óptico (MO), del borde y centro de cada una a diferentes aumentos. Sin embargo, debido a que el MO no permite apreciar los carburos globulares, se observaron por el microscopio electrónico de barrido. A continuación, se describirán los resultados obtenidos, comenzando con la muestra de 24 horas, seguido de la muestra de 36 horas y finalizando con las de 48 horas de sostenimiento isotérmico.

La microestructura de la muestra a 24 horas se aprecia en la Figura 6- 10 a donde se observa la capa de oxidación superficial, producto del tratamiento térmico; la matriz de martensita, y un tamaño de grano grande respecto a la zona central. Cabe acotar que los carburos segregados son más grandes. La metalografía de la zona central de la muestra (Figura 6- 10 b) también tiene la matriz de martensita con carburos segregados y zonas de menor contraste en el límite de grano. Estas últimas fueron observadas por SEM.

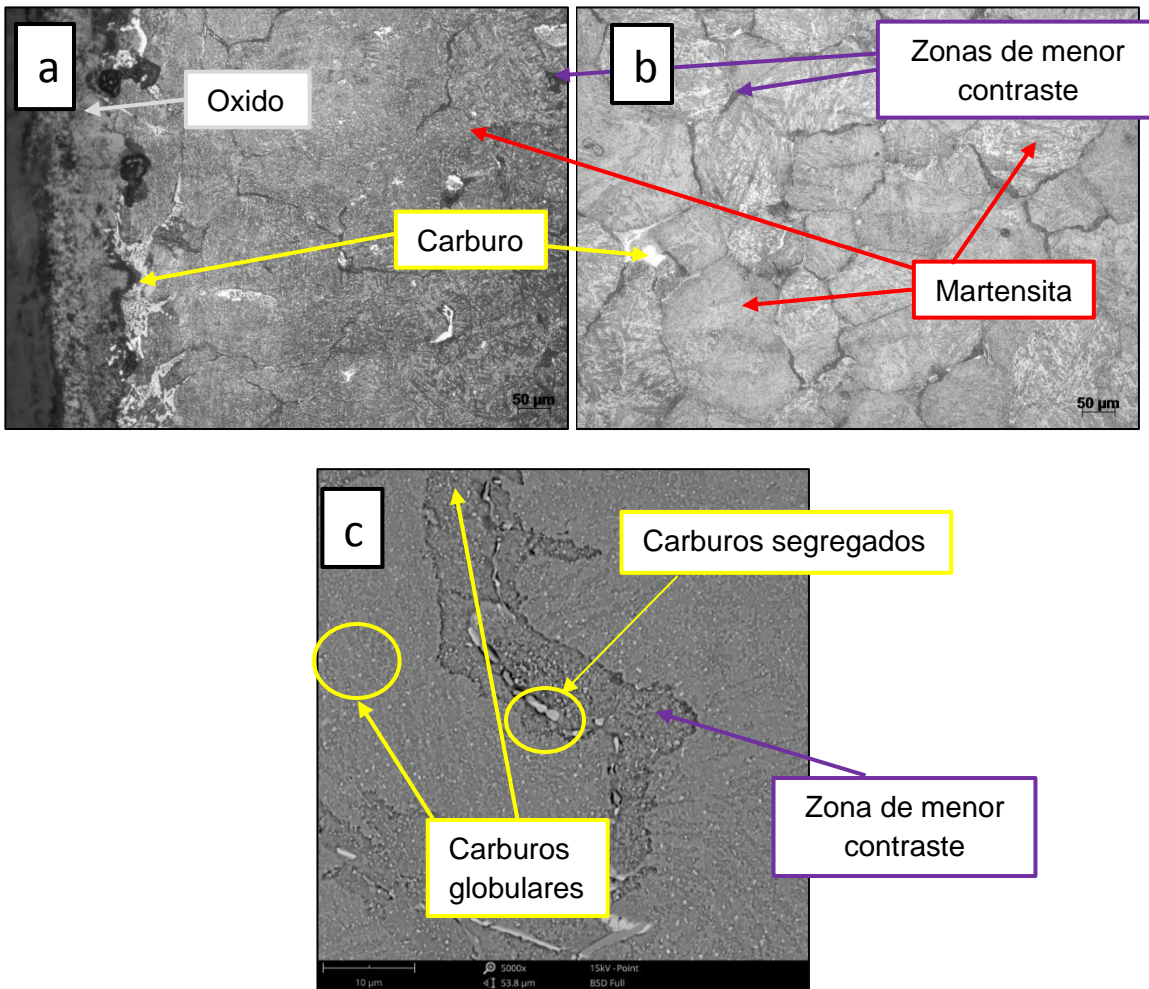


Figura 6- 10: Metalografía por MO de acero pulvimetalúrgico tratado térmicamente con recocido por globulización durante 24 horas a 200X. (a) Borde de la muestra y (b) centro de la muestra. (c) Imagen SEM del centro de la muestra de zonas de menor contraste presentes en el límite de grano a 5000X.

Al observar entonces las zonas de menor contraste del límite de grano por microscopia electrónica de barrido (ver Figura 6- 10 c), se aprecia que hay carburos globulares próximos a los carburos segregados en el límite de grano. Adicionalmente, se da una distribución homogénea de carburos globulares en la matriz. Para la muestra sometida al recocido de globulización de 36 horas, se obtuvieron los mismos resultados de la muestra de 24 horas, que corresponde a carburos segregados en el límite de grano, matriz de martensita y una capa de óxido superficial, como se aprecia en las imágenes del borde y centro de la Figura 6- 11. El borde se caracterizó por tener carburos segregados grandes.

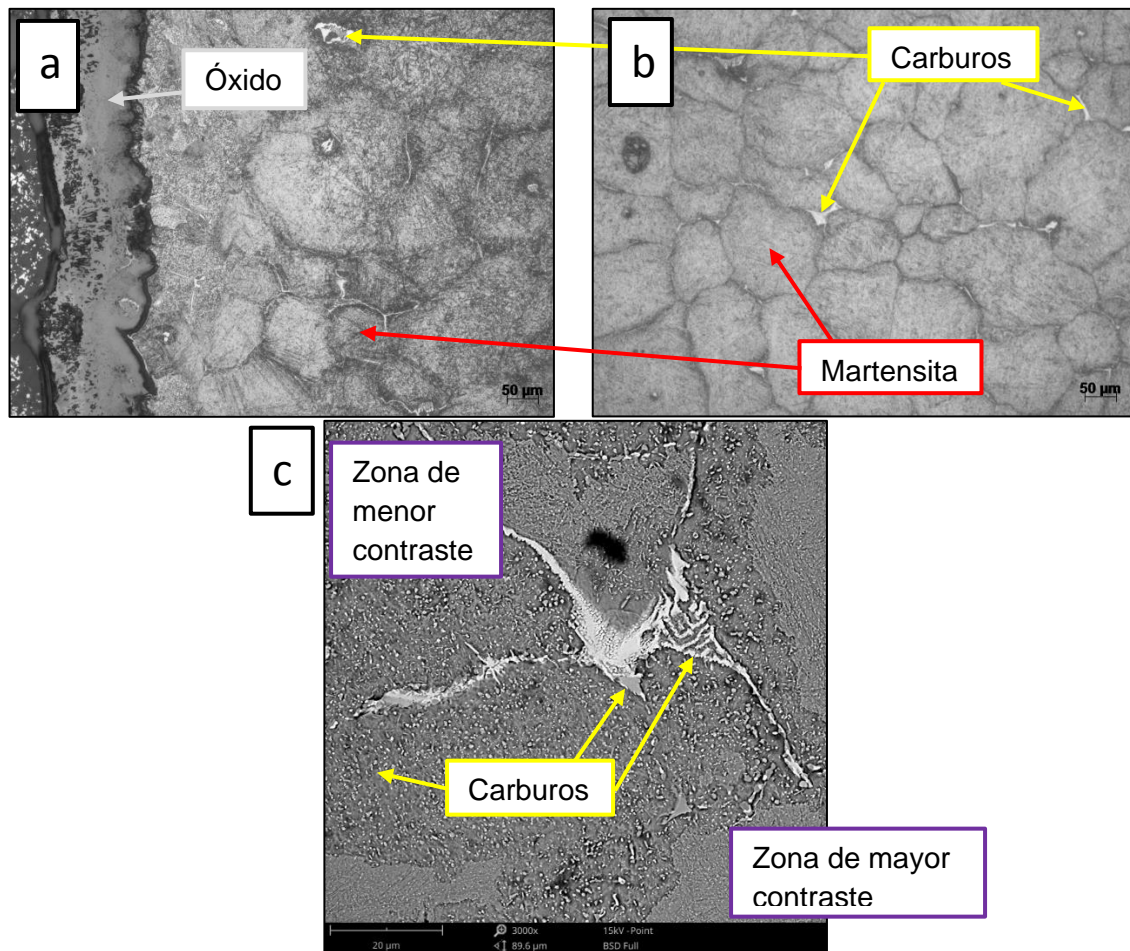


Figura 6- 11: Metalografía por MO de acero pulvimetalúrgico tratado térmicamente con recocido por globulización durante 36 horas a 200X. (a) Borde de la muestra y (b) centro de la muestra. (c) Imagen SEM del centro de la muestra de zonas de menor contraste presentes en el límite de grano a 3000X.

Al observarse la muestra de 36 horas por SEM, se encuentra que los carburos del borde, al ser grandes, no alcanzan a disolverse completamente en la matriz y que en las áreas donde se ha dado la esferoidización queda un tono de menor contraste que el de la matriz donde hay carburos globulares, como lo muestra la Figura 6- 11 c. La última muestra tratada térmicamente por 48 horas presenta una microestructura con zonas de menor contraste en los límites de grano y más gruesas como lo muestra la Figura 6- 12 b y se observa la matriz martensítica. El borde de la muestra tiene la capa superficial oxidada por el tratamiento térmico.

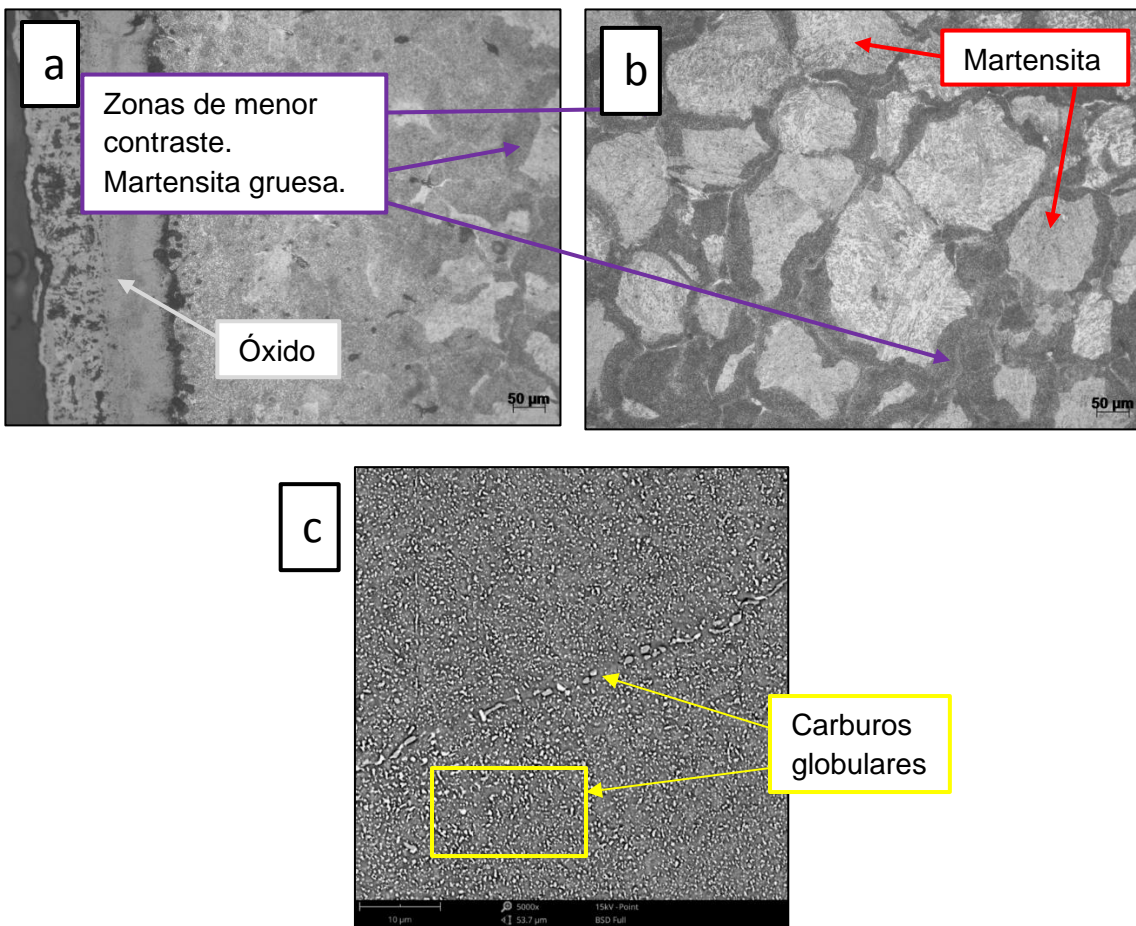


Figura 6- 12: Metalografía por MO de acero pulvimetalúrgico tratado térmicamente con recocido por globulización durante 48 horas a 1000X. (a) Borde de la muestra y (b) centro de la muestra. Imagen SEM del centro de la muestra de zonas de menor contraste presentes en el límite de grano a 3000X.

De acuerdo con la Figura 6- 12 c, al analizar la muestra con el microscopio electrónico de barrido se observa que los carburos globulares están distribuidos homogéneamente en la matriz martensítica y pocos carburos segregados en el límite de grano debido a que se logró que los carburos se disolvieran. A partir de los resultados anteriores, se realiza la comparación de la morfología de los carburos para los tiempos de 24, 36 y 48 horas de recocido isotérmico. En la Figura 6- 13 se aprecia que a medida que incrementa el tiempo se aumenta la homogeneidad y presencia de carburos globulares.

A la muestra que tuvo el tiempo de 24 horas se le asigna un grado de esferoidización de $e = 1$, para la de 36 horas un grado de esferoidización de $e = 2$ y para la de 48 horas de $e = 2$ [39].

Por lo tanto, al ser la muestra de 48 horas la que alcanza a disolver en su mayoría a los carburos y lograr el engrosamiento, se realiza un posterior tratamiento térmico de temple y revenido para incrementar su dureza y realizar ensayo de desgaste.

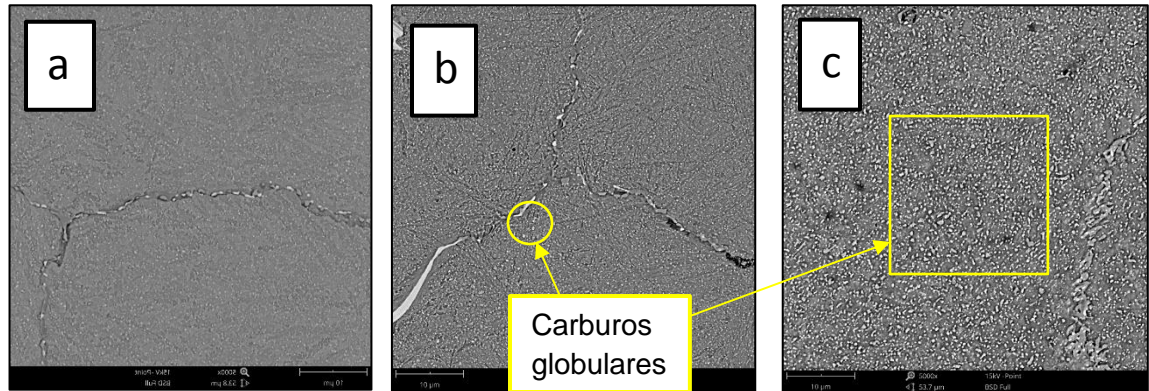


Figura 6- 13: Imágenes SEM de carburos globulares a (a) 24, (b) 36 y (c) 48 horas de recocido isotérmico de acero obtenido por vía pulvimetalúrgica.

6.4 Propiedades físicas

Una vez sometidas a tratamientos térmicos las muestras del acero para herramientas tipo M obtenido por vía pulvimetalúrgica, se realiza la preparación de la superficie del ensayo a desgaste. De tal manera que la determinación de la densidad fue necesaria para establecer la pérdida volumétrica.

6.4.1 Densidad de temple y revenido

La densidad de las muestras tratadas térmicamente fue medida con la balanza analítica como se explica en la sección 2.2.2 página 18. Para el temple de la muestra obtenida por vía pulvimetalúrgica se obtuvo una densidad de 7.89 g/cm^3 con una desviación estándar de 0.004. Mientras que, para la muestra templada, con tres revenidos, se tuvo una densidad de 7.84 g/cm^3 con una desviación estándar 0.007.

6.4.2 Densidad de recocido de globulización

Respecto a la densidad para las muestras obtenidas por vía pulvimetalúrgica y luego tratadas térmicamente con el recocido de globulización, se tuvo un valor de 7.85 g/cm^3 con una desviación estándar de 0.001.

6.5 Propiedades mecánicas

6.5.1 Dureza

El ensayo de dureza se realizó acorde con lo ya mencionado en la sección 1.4.1 página 28. Los resultados del ensayo de dureza se encuentran registrados en la Tabla 6- 2, donde se observa que no hay un favorecimiento significativo de dureza Vickers entre el temple y el temple más tres revenidos. En cuanto al recocido por globulización, disminuyó notoriamente la dureza para las muestras que fueron enfriadas en el horno (24 y 48 horas) diferente a la que se enfrió a temperatura ambiente que alcanzó una dureza de 735 HV. La muestra que cuenta con globulizado isotérmico, temple y revenido después de tener una dureza de 322 HV mostró un incremento a 742 HV con los tratamientos térmicos posteriores teniendo entonces un acero que se puede maquinar.

Tabla 6- 2: Valores de dureza de muestras de acero obtenido por vía pulvimetalúrgica tratado térmicamente con temple, revenido y recocido.

Muestras sinterizadas bajo atmósfera control de N ₂ H ₂			Dureza promedio [HV]	Desviación estándar [HV]
Presión de compactación [MPa]	Temperatura de sinterizado [°C]	Tratamiento térmico		
750	1375	Temple	812	14
750	1375	Temple y tres revenidos	813	19
750	1375	Recocido de globulización por 24 horas	508	24
750	1375	Recocido de globulización por 36 horas	735	93
750	1375	Recocido de globulización por 48 horas	322	102
750	1375	Recocido de globulización por 48 horas, templada y revenida	742	8

6.5.2 Resistencia al desgaste

Para los ensayos de desgaste realizados según lo explicado en la sección 2.4.3 página 33, se obtuvieron los resultados registrados en la Tabla 6- 3 donde se observa que la muestra que presenta menos pérdidas volumétricas es la que recibió solamente el temple como tratamiento térmico. Vale la pena aclarar que para el recocido de globulización se estudiaron las microestructuras y valores de dureza para seleccionar una sola condición de tiempo favorable en la esferoidización de los carburos y con ella realizar el ensayo de desgaste.

Tabla 6- 3: Resultados de ensayo de desgaste realizado a las muestras tratadas térmicamente por temple, revenido y recocido de globulización por 48 horas.

Muestras sinterizadas bajo atmósfera control de N_2H_2			Volumen perdido [mm ³]	Desviación estándar [mm ³]
Presión de compactación [MPa]	Temperatura de sinterizado [°C]	Tratamiento térmico		
750	1375	Temple	9.87	2.11
750	1375	Temple y tres revenidos	14.05	3.47
750	1375	Recocido de globulización por 48 horas, templada y revenida	16.09	3.85

A la muestra que fue tratada térmicamente con recocido de globulización por 48 horas, se le realizó análisis EDS con el propósito de identificar semi-cuantitativamente los elementos presentes en la huella de desgaste abrasivo. Se encontró que el análisis puntual 1 de la zona de mayor contraste como se aprecia en la Figura 6- 14 (b) tiene un 31.18 % de molibdeno, lo que permite relacionarlo como un carburo de molibdeno, mientras que el análisis puntual 2 permitió verificar que se tiene una matriz rica en hierro.

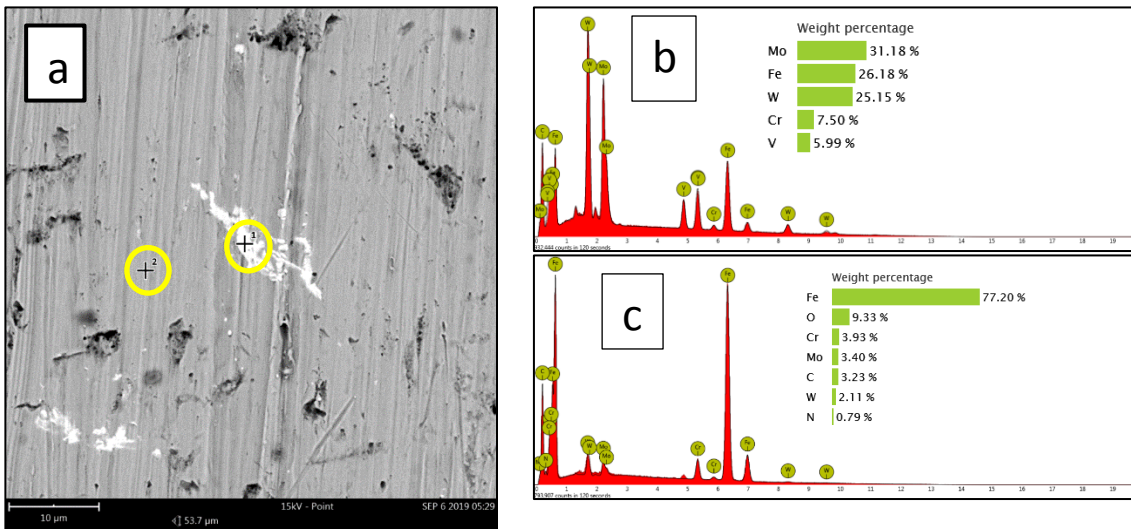


Figura 6- 14: Análisis EDS puntual realizado a muestra sinterizada bajo atmósfera de control de N_2H_2 5000X. (a) Imagen SEM. (b) Espectro de análisis puntual 1 y (c) Análisis puntual 2.

Adicionalmente, con el SEM se logró obtener un análisis de rugosidad a las superficies de desgaste. Para la muestra sometida a temple se dio una rugosidad de $9.04 \mu m$, mientras que para la muestra sometida a temple y revenido la rugosidad fue de $8.19 \mu m$ y para la muestra sometida a recocido de globulización isotérmico de 48 horas, temple y revenido fue de $2.25 \mu m$. Se aprecia entonces que, con la disolución de los carburos segregados, gracias al globulizado, se reduce la rugosidad superficial. Los perfiles de rugosidad tratados con ayuda del SEM permitieron realizar la construcción superficial de cada huella que se aprecian en la siguiente figura:

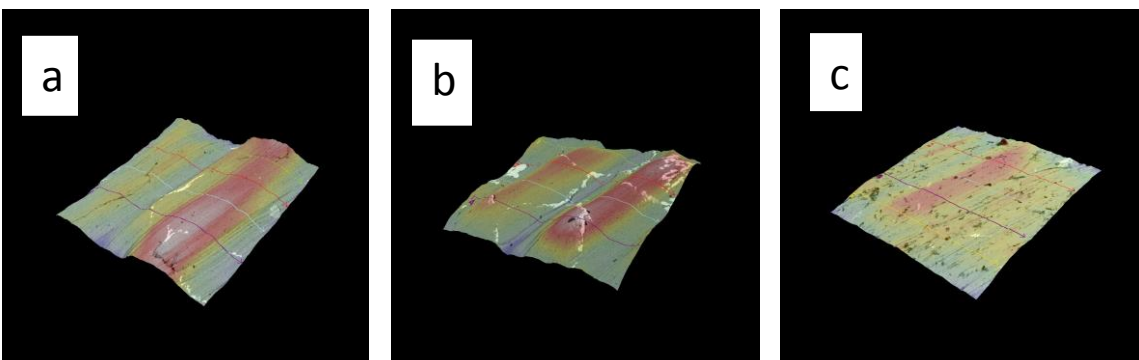


Figura 6- 15: Perfiles de rugosidad de las huellas de muestras sometidas a ensayo de desgaste tratadas térmicamente. (a) Huella de muestra templada, (b) Huella de muestra revenida y (c) Huella de muestra recocida por 48 horas.

6.6 Discusión de resultados

En este capítulo de tratamientos térmicos, se realizaron ensayos de desgaste abrasivo y microdureza Vickers con el fin de identificar los efectos en la dureza y resistencia al desgaste del acero fabricado por vía pulvimetalúrgica. A partir de los resultados de microdureza registrados en la Tabla 6- 1, se encontró en primer lugar que, al someter una muestra sinterizada bajo atmósfera de N_2H_2 a temple, se obtiene un mayor valor de dureza de 714 HV con una diferencia de 500 a 600 HV respecto a las otras atmósferas, debido a que al no haber descarburación hay la segregación de carburos. Una vez se selecciona la atmósfera control que favorece la microestructura, se realizan ensayos de dureza para el tratamiento térmico de temple, revenido y recocido.

La Tabla 6- 2 muestra que los valores de dureza más altos se logran con el temple y revenido de las muestras, alcanzando valores de 812 HV y 813 HV respectivamente. Esto se atribuye a la microestructura obtenida previamente al tratamiento térmico, en el cual se transforma la austenita en martensita, al ser calentadas las muestras. Dicho de otro modo, la matriz cuenta con mayor presencia de martensita lo que incrementa la dureza del acero y la resistencia al desgaste, ya que al contar con alta dureza el acero sufre menor desgaste abrasivo.

Sin embargo, como se aprecia en la Figura 6- 8 y Figura 6- 9 aún hay presencia de carburos segregados lo que implica que el acero, al tener alta dureza, tiene la tendencia a presentar fracturas intergranulares. Diferente para la muestra tratada térmicamente por recocido de globulización durante 48 horas, que ofrece una microestructura con carburos disueltos y no segregados gracias a la esferoidización que tiene valores de dureza aceptables, respecto a los valores máximos alcanzados, de 742 HV haciendo del acero un material maquinable pero con pérdida volumétrica de 6.9 mm^3 (ver Tabla 6- 3). Es importante aclarar que la muestra de 36 horas fue enfriada a temperatura ambiente obteniendo una dureza alta de 735 HV en comparación con la muestra enfriada en horno.

Vale la pena resaltar que en las muestras templadas y revenidas hay un segundo factor favorable a nivel microestructural que influye en la resistencia al desgaste ya que la martensita gruesa formada después del temple se comporta como un material duro y dúctil con alta dureza y resistencia al desgaste. Mientras que después del revenido la formación de martensita fina que al ser una mezcla de fases es dura y resistente y, al tener límites de fases, puede actuar como barrera de dislocaciones.

7. Discusiones generales

7.1 Efecto de la presión de compactación y temperatura de sinterizado

El diseño de experimentos factorial 2^2 , cuyos factores corresponden a presión de compactación y temperatura de sinterizado, permitió identificar cuál factor es significativo al generar efectos favorables en las superficies de respuesta de dureza y resistencia a flexión del acero para herramientas tipo M obtenido por vía pulvimetalúrgica. El análisis de varianza ANOVA fue realizado con los resultados experimentales de los ensayos de microdureza y resistencia a la flexión transversal, los cuales se obtuvieron de las diferentes combinaciones del diseño de experimentos tanto para una atmósfera de vacío y una atmósfera control de argón.

Se evidencia que cuando se sinteriza bajo atmósfera control de vacío ambos factores son significativos, es decir, cuando varía la presión de compactación y temperatura de sinterizado se generan cambios en la dureza, mientras que para la resistencia a la flexión solamente la temperatura de sinterizado es significativa; lo anterior se puede corroborar con el modelo de regresión lineal presentado en la sección 3.1.1 y 3.1.3.

Entonces si se fabricara un acero para herramientas tipo M con una presión de compactación de 650 MPa y temperatura de sinterizado de 1200 °C, los valores de dureza que se obtendrían serían bajos, como experimentalmente se obtuvo de 274 HV, lo cual no favorece el comportamiento de un acero para herramientas de corte pues requiere altas durezas, especialmente para el trabajo en caliente. Caso contrario ocurre al fabricar con una presión de compactación de 750 MPa y temperatura de sinterizado de 1300 °C que generaría durezas altas como la experimental de 454 HV (ver **Tabla 2- 11**: Valores de dureza promedio de zona central de las muestras sinterizadas con atmósfera control de argón Fase I. Tabla 2- 11).

Ahora, si se realizara alternando con presión de compactación de 650 MPa y temperatura de sinterizado de 1300 °C o presión de compactación de 750 MPa y temperatura de sinterizado de 1200 °C, se tendrían valores intermedios. Respecto a los valores de la resistencia a flexión, se tienen valores altos cuando se fabrica con una presión de compactación de 650 MPa o 750 MPa a una temperatura de sinterizado de 1300 °C como el experimental de 1176.98 MPa y 1513.40 MPa respectivamente (ver Tabla 2- 12).

Para el sinterizado bajo atmósfera control de argón, la temperatura de sinterizado es altamente significativa; es decir que al variar los valores de temperatura se modifican los valores de la dureza del acero para herramientas tipo M, como ocurre con una presión de compactación de 750 MPa y temperatura de sinterizado de 1300 °C para obtener una dureza de 454 HV. Muy diferente es fabricar con una temperatura de sinterizado de 1200 °C el cual reduce su dureza a la mitad (ver Tabla 2- 11).

Caso contrario al factor significativo en la resistencia a flexión, al ser la presión de compactación la que generaría los cambios en dicha propiedad. Que al fabricar con presión de compactación de 750 MPa y temperatura de sinterizado de 1200 °C y 1300 °C se tienen valores de 1200.51 MPa y 1112.71 MPa respectivamente, mientras que al fabricar con presión de compactación de 650 MPa independiente de la temperatura de sinterizado se reduce la resistencia a la flexión un 38 % aproximadamente (ver Tabla 2- 13).

Las mejores condiciones de fabricación del acero para herramientas tipo M respecto a la resistencia al desgaste son: presión de compactación de 650 MPa, temperatura de sinterizado de 1300 °C sinterizado bajo la atmósfera de vacío con la menor pérdida volumétrica de 15.70 mm³ y, cuando se sinteriza bajo atmósfera control de argón la presión de compactación también es de 650 MPa, pero a una temperatura de sinterizado de 1200 °C.

A partir de lo planteado anteriormente, es claro que no hay una diferencia en las durezas del acero para herramientas tipo M sinterizado bajo atmósfera de vacío y atmósfera control de argón, e igualmente para la resistencia a la flexión. Diferente a la resistencia al desgaste que es mayor cuando se fabrica bajo condiciones de presión de compactación de 650 MPa a diferentes temperaturas para cada atmósfera. No obstante, para presiones de compactación de 750 MPa y temperatura de sinterizado de 1300 °C se tienen valores de pérdida volumétrica estables.

Por todo lo anterior, la inclusión de una tercera atmósfera es necesaria con el fin de encontrar mejoras en estas dos propiedades mecánicas del acero. Aun así, se tiene presente la microestructura y densidad de sinterizado. Por lo que las condiciones de fabricación del acero para herramientas tipo M que ofrecen bajo porcentaje de porosidad (13.13 %) y densidad de sinterizado de 6.98 g/m^3 corresponden a presión de compactación de 750 MPa y temperatura de sinterizado de 1300°C bajo atmósfera control de argón, al tener una microestructura homogénea, presencia de martensita y baja descarburación.

7.2 Efecto de la atmósfera control

Dando continuidad a los resultados obtenidos en la evaluación del efecto de la presión de compactación y temperatura de sinterizado, se estableció que al integrar al N_2H_2 , como tercera atmósfera control, se mantiene fija una condición de fabricación que es la presión de compactación de 750 MPa. Se puede también evaluar hasta qué temperatura se alcanza una porosidad menor a la ya obtenida de 13.13 % con temperatura de sinterizado de 1300°C y densidad de sinterizado de 6.98 g/m^3 . Es claro que la temperatura de sinterizado de 1375°C es la que ofrece las mejores condiciones que son 0.14 % de porosidad y densidad de sinterizado de 7.8 g/m^3 .

La selección de la atmósfera control de N_2H_2 favoreció notoriamente la reducción de porosidad debido a que se logra la reducción de óxidos en la superficie de las partículas, facilitando así el transporte de masa y, como consecuencia, el cierre de porosidad. Además, se controló la descarburación de las muestras. En cuanto a los resultados experimentales de la dureza y resistencia a la flexión se mejoraron los valores incrementándose un 61 % y 73.86 % respectivamente de la atmósfera de vacío, siendo esa la que menores valores ofrecía (ver Tabla 4- 2 y Tabla 4- 3).

Respecto a los valores de resistencia al desgaste para la atmósfera control de N_2H_2 , se tuvo el valor intermedio con una pérdida volumétrica de 10.11 mm^3 teniendo una mejora en la pérdida volumétrica de 61 % de la atmósfera de vacío (ver Tabla 4- 4).

Para un acero para herramientas, no es favorable que los carburos estén segregados debido a que hace que el material tenga una fractura frágil intergranular; es por ello que la implementación del tratamiento térmico de globulizado isotérmico favorecería dicha condición y como trabajo futuro se podría evaluar qué ocurre con la resistencia a la flexión

después del tratamiento. Es necesario resaltar que el incremento de temperatura de sinterizado favoreció la resistencia al desgaste, en variables como la densidad de sinterizado alcanzando valores de alrededor de un 96 % con respecto a la densidad del acero.

La microestructura bajo la misma atmósfera control de N_2H_2 también se ve favorecida gracias al incremento de la temperatura de sinterizado y reducción de óxidos superficiales, ya que, en el diagrama de fase binario, al estar en la zona donde coexisten fase líquida, austenita y carburos, se logró el intercambio de masa y un enriquecimiento en la formación de carburos, a pesar de estar segregados. Estas características, así como la homogeneidad en la matriz martensítica, no se presentaron cuando se sinterizó bajo atmósfera de vacío y atmósfera control de argón, por lo anterior se deduce que las condiciones de fabricación son presión de compactación de 750 MPa y temperatura de sinterizado de 1375 °C bajo atmósfera control de N_2H_2 .

7.3 Crecimiento del tamaño de grano

Con las condiciones de fabricación del acero para herramientas tipo M ya definidas se obtiene una dureza alta que se relaciona con un tamaño de grano grande. Es por eso que controlar el crecimiento del tamaño de grano, previo al proceso de manufactura, es importante sobre todo por la optimización de tiempos en producción.

Todo esto requirió del desarrollo de la curva experimental, selección del modelo matemático, solución del modelo matemático y la solución analítica. Con la curva experimental planteada para la obtención de la curva de crecimiento del tamaño de grano se obtuvieron los valores de 10 tamaños de grano permitiendo de esa manera apreciar cualitativa y cuantitativamente el engrosamiento del grano. No obstante, el error de truncamiento fue de 0.5 debido al tamaño de paso elegido de 12 min.

Se identifica entonces, acorde con la curva experimental, que cuando se alcanza la temperatura de 1260 °C (36 min) se tiene un cambio drástico del tamaño de grano de 10.84 μm a 33 μm (ver Figura 5- 5). La fracción de fase líquida presente durante el sinterizado es de esperarse ya que, según el diagrama de fases binario, al tener un acero para herramientas tipo M con 1.2 % de carbono en temperaturas aproximadamente entre 1220 °C y 1250 °C coexiste dicha fase con la fase sólida [7].

De igual manera, se obtuvieron dos variables termodinámicas del acero para herramientas tipo M fabricado por vía pulvimetalúrgica que son el factor pre-exponencial del crecimiento del grano con un valor de $3 \times 10^{10} \mu\text{m}^3/\text{s}$ y la energía de activación con un valor de 266.91 kJ/mol.

Por otra parte, los resultados de la solución del modelo matemático se correlacionan fuertemente con los resultados de la solución analítica y, al compararse la solución del modelo matemático y analítica con los resultados de la curva experimental y realizar el análisis del error RMS se tienen 8 puntos que están dentro de la desviación de los valores. Por lo que la solución del modelo matemático seleccionado describe el comportamiento del crecimiento del tamaño de grano del acero para herramientas tipo M obtenido por vía pulvimetalúrgica; adicionalmente, se tiene una buena correlación de los tamaños de grano con un valor de R^2 de 0.92.

El análisis de error RMS tiene un valor alto ya que al contar con una sola réplica en los tiempos de medición del tamaño de grano la dispersión de los valores de las medias no se reduce. Dicha dispersión probablemente se deba a contribuciones de variables que no se controlan, como el ciclo de vida de las cajas de grafito, variación de la energía de activación y la presión de inyección del gas usado como atmósfera de control.

7.4 Tratamientos térmicos

Como última etapa en la fabricación del acero para herramientas tipo M por vía pulvimetalúrgica se realizaron tres tratamientos térmicos: temple, revenido y recocido de globulizado isotérmico evaluando el favorecimiento microestructural, dureza y resistencia al desgaste o, dicho de otro modo, de las propiedades tribológicas. Se obtuvo entonces que el tratamiento térmico que mejor balance ofrece entre la dureza y resistencia al desgaste es el temple, ya que hubo un valor de dureza de 812 HV y pérdida volumétrica de 9.87 mm^3 .

Sin embargo, no es conveniente dejarse guiar solamente por los resultados cuantitativos debido a que el acero tiene tensiones en su microestructura. Por lo tanto, el revenido entraría a favorecer el alivio de dichas tensiones llegando a tener una dureza cercana de 813 HV y una pérdida volumétrica de 14.05 mm^3 .

En cuanto al recocido de globulización, se evidenció que para poder alcanzar la esferoidización de los carburos no disueltos después del sinterizado, debe transcurrir un tiempo mínimo de 48 horas, durante la isoterma, lo cual no es favorable para un proceso industrial debido a que incrementa sus costos. No obstante, se obtuvo un incremento de pérdida volumétrica del acero únicamente sinterizado de 37.17 % lo que favorece su maquinabilidad y la dureza tuvo un incremento del 19.94 %.

Por lo tanto, si se desea obtener un acero para herramientas tipo M que se caracterice por tener alta dureza y que cualitativamente tenga pocos carburos segregados en el límite de grano fabricado por vía pulvimetalúrgica, las condiciones de la ruta de fabricación vienen siendo:

- Materia prima: al ser un acero pre-aleado y tener partículas no homogéneas permitirá que el material en verde tenga un buen factor de empaquetamiento.
- Tamaño de partícula: la no homogeneidad en el tamaño de la partícula favorece el factor de empaquetamiento.
- Presión de compactación: de acuerdo con el DOE y estar en la búsqueda de la menor porosidad, la presión de compactación que garantizará dichas bondades es de 750 MPa, corroborando la teoría de la etapa de compactación.
- Temperatura de sinterizado: tras realizar el análisis de densidad a diferentes temperaturas se llega a que a 1375 °C bajo atmósfera control de N_2H_2 , se da espacio a que la coalescencia facilite el crecimiento de grano.
- Tratamiento térmico: se realiza la salvedad de que con el temple y revenido tres veces se alcanza la mayor dureza respecto a los demás tratamientos. Un recocido de globulización isotérmico de 48 horas no es viable financieramente para la industria a pesar de que se alcanza la disolución de los carburos segregados.

Asumiendo un incremento de costos por el tiempo de permanencia en el horno, pero alcanzando las condiciones finales de microestructura de un acero para herramientas que corresponden a una matriz martensítica, con carburos globulares distribuidos homogéneamente y dureza alta con una resistencia al desgaste moderada.

8. Conclusiones y recomendaciones

8.1 Conclusiones Fase I

A partir del análisis de regresión lineal, realizado a la superficie de respuesta de la dureza de la zona central de las muestras, en condiciones óptimas para cualquiera de las dos atmósferas de control, se concluye que cuando se buscan durezas altas los parámetros de fabricación deben ser presión de compactación de 750 MPa y temperatura de sinterizado de 1300 °C (Figura 8 - 1) y (Figura 8 - 2). Estos parámetros también ofrecen valores de densidad altos, porcentaje de porosidad baja y formación de martensita.

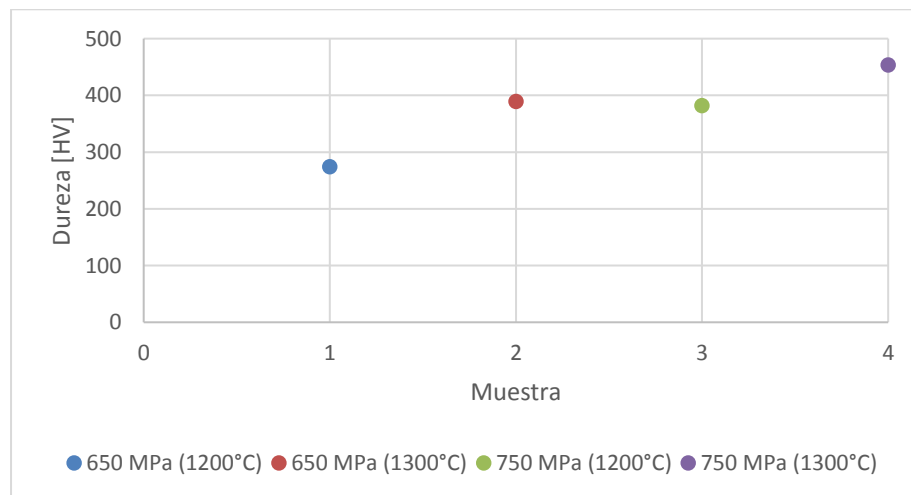


Figura 8 - 1: Valores de dureza de las muestras sinterizadas bajo atmósfera de vacío.

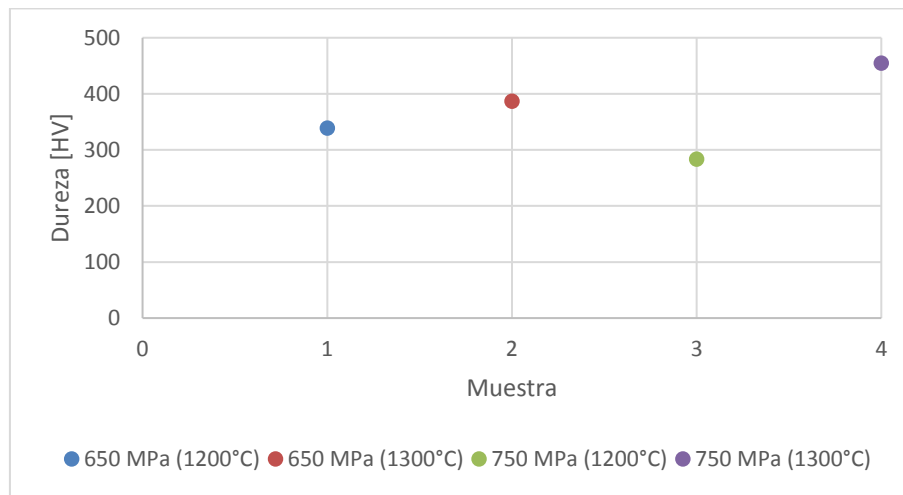


Figura 8 - 2: Valores de dureza de las muestras sinterizadas bajo atmósfera control de argón.

Para la resistencia a la flexión, según el análisis de regresión lineal y resultados experimentales, la atmósfera control genera un efecto, como se evidenció en el análisis ANOVA, en el que se obtienen valores de resistencia más altos bajo la atmósfera de vacío. Por lo tanto, si se busca un acero para herramientas caracterizado por tener valores altos de dureza, densidad de sinterizado y una microestructura con presencia de martensita y baja descarburación la ruta de fabricación corresponde a presión de compactación de 750 MPa con temperatura de sinterizado de 1300 °C, bajo atmósfera control de argón, que también tendrá una buena resistencia al desgaste. Sin embargo, si se buscan valores altos de resistencia a la flexión transversal se podría sinterizar bajo atmósfera de vacío, pero esto no ofrece buenas características en la microestructura, debido a que se descarbura más y tendría mayores pérdidas volumétricas por desgaste.

8.2 Conclusiones Fase II

Se establece que la atmósfera más adecuada para la fabricación del acero tipo M pulvimetalúrgico es la atmósfera control de N_2H_2 , debido a que favorece la dureza alcanzando un valor de 594 HV, una resistencia a la flexión transversal de 1416.91 MPa, como los valores más altos respecto a las muestras sinterizadas en atmósfera de vacío y atmósfera control de argón, y una resistencia al desgaste con valor intermedio equivalente a una pérdida volumétrica de 10.11 mm^3 . Dicho de otro modo, la atmósfera control de N_2H_2

favorece el equilibrio de las propiedades mecánicas y tribológicas del acero para su aplicación como herramienta de corte.

Por otro lado, el acero pulvimetalúrgico tipo M, fabricado con una ruta de proceso de presión de compactación en frío de 750 MPa al ser sinterizado a 1375 °C bajo atmósfera control de N_2H_2 , se caracterizará durante su operatividad por no sufrir daños debido a la flexión transversal y desgaste y a generar un buen corte sin fracturarse gracias a su alta dureza y densidad total del 96 %.

Estos resultados permiten comprender cómo los fenómenos de transporte de masa en el proceso de sinterización, tanto de fase sólida y líquida, influyen en el comportamiento del acero de herramientas tipo M fabricado en el laboratorio de fundición y pulvimetalurgia de la Universidad Nacional de Colombia, sede Bogotá.

8.3 Conclusiones Fase III

Con el ajuste realizado a las derivadas calculadas numéricamente de la curva experimental del crecimiento del tamaño de grano se obtuvieron los siguientes parámetros de difusión requeridos en el modelo matemático (Ecuación (5.6)): un factor pre-exponencial de $3 \times 10^{10} \mu m^3/s$ y una energía de activación de 266.91 kJ/mol. El error de truncamiento fue de 0.5 debido al tamaño de paso de 12 minutos, que si se reduce a 3 minutos tendría un error de truncamiento de 0.01, lo cual favorecería a la reducción del error cuadrático del modelo matemático.

La solución del modelo matemático se validó con la curva experimental durante la etapa de sinterizado a 1375 °C, con un RMS de 7.5 μm y un R^2 de 0.92, entonces el modelo matemático solucionado describe de buena manera el comportamiento del crecimiento del tamaño de grano del acero para herramientas tipo M. De tal manera, que se pueden determinar nuevas condiciones de fabricación variando la temperatura o energía de activación sin tener que realizar una nueva curva experimental del crecimiento de grano.

La solución del modelo matemático planteado por Park et al [1] permitirá determinar cuáles son las condiciones de sinterizado de un acero para herramientas tipo M fabricado por vía pulvimetalúrgica cuando se busca un determinado tamaño de grano, procurando que no sea muy grande para no obtener un material altamente frágil, ni pequeño pues las

herramientas fabricadas a partir del acero tipo M requieren altas durezas debido a sus condiciones de trabajo. De igual manera, se pueden optimizar los tiempos de producción identificando en qué tiempo, acorde a la solución numérica del modelo matemático, se alcanza el tamaño de grano deseado.

8.4 Conclusiones Fase IV

Con los resultados de la muestra sometida a temple se concluye que para dicho tratamiento térmico es necesario contar con la presencia de martensita fina y martensita para alcanzar alta dureza y por ende alta resistencia al desgaste.

El recocido de globulización es un tratamiento térmico muy usado en los aceros para herramientas con el fin de disolver en forma esferoidal los carburos segregados. Al ser realizado para el acero tipo M fabricado por vías pulvimetalúrgicas se obtuvieron resultados favorables. Adicionalmente, se redujo la dureza del acero tipo M de tal manera que se tiene un acero con buena maquinabilidad corroborado con la pérdida volumétrica, lo que facilita el mecanizado. Sin embargo, es claro que se requieren tiempos más largos (48 horas) para lograr un grado más alto de esferoidización.

La presencia de martensita en la microestructura del acero para herramientas tipo M no solo favorece su dureza sino su resistencia al desgaste. Tal es el caso de las muestras templadas y revenidas, que tuvieron dureza de 812 HV y pérdida volumétrica de 9.87 mm³ y dureza de 813 HV con pérdida volumétrica de 14.05 mm³ respectivamente. Ahora, la diferencia de pérdida volumétrica se debe al tipo de martensita, gruesa para el temple y fina para el revenido, de modo tal que la primera favorece el comportamiento dúctil evitando así la pérdida de material.

8.5 Recomendaciones

El uso de la pulvimetalurgia como ruta de fabricación de aceros requiere del análisis del comportamiento e influencia de diferentes factores durante los procesos de compactación, sinterizado y procesos posteriores para mejorar el producto. A lo largo de esta tesis, se identificó cuál presión de compactación y temperatura de sinterizado favorecería propiedades como la densidad de sinterizado, dureza, resistencia a flexión y resistencia al desgaste junto con la influencia a nivel microestructural. Ahora, si se requiere mejorar la

dureza mediante la variación de otros parámetros se plantea la adición de elementos aleantes previamente al proceso de compactación, específicamente en la molienda, enriqueciendo entonces el material de partida y determinar así qué efectos tiene. La producción de moldes de compactación con geometrías correspondientes a las herramientas de corte se propone como trabajo futuro, procurando que satisfagan las condiciones de compactado y eyección del material en verde sin que sufra daños la muestra.

Una vez validada la solución del modelo matemático planteado por Park et al [1], que describe el comportamiento del crecimiento de grano del acero para herramientas tipo M fabricado por vías pulvimetalúrgicas, definida en la fase II, es posible realizar variaciones en parámetros como la temperatura de la isoterma del ciclo de sinterizado e identificar si los 60 minutos de mantenimiento son suficientes o no para alcanzar el tamaño de grano que ofrece la dureza requerida para el acero. Por otra parte, en caso de querer usar la Ecuación (5.6) del modelo matemático con diferentes tamaños de grano como condición inicial es posible obtener la curva característica del tamaño de grano. Inclusive, se pueden variar los porcentajes de la mezcla de la atmósfera control y estudiar sus efectos sobre el crecimiento de grano realizando el mismo procedimiento de obtención de la condición inicial.

Para reducir el error del tamaño de grano obtenido por la solución del matemático planteado por Park et al [1] respecto a la curva experimental a un tiempo dado, se propone como mínimo sinterizar 3 muestras en cada punto de medición, reduciendo el error RMS de 7.5 μm .

Tras haber realizado varios ciclos de sinterizado y variar las cajas de grafito se hace necesario evaluar el efecto del ciclo de vida de las cajas de grafito en la fabricación del acero para herramientas tipo M por vía pulvimetalúrgica. Así mismo, se propone evaluar el factor pre-exponencial y la energía de activación durante la rampa de calentamiento del ciclo de sinterizado, para que al determinar nuevos valores haya la reducción de error y mejore la correlación de los datos.

La última fase de la tesis corresponde a los tratamientos térmicos realizados a las muestras con ruta de fabricación bajo presión de compactación de 750 MPa, temperatura de sinterizado de 1375 °C bajo atmósfera control de N_2H_2 contaron con la realización del

recocido de globulización por un tiempo de 48 horas, identificando las propiedades de dureza y resistencia al desgaste del material. De tal manera, se recomienda caracterizar la resistencia a la flexión del acero fabricado por la ruta de fabricación descrita, con la intención de identificar si la disolución de los carburos mejora la capacidad máxima de resistencia a flexión y si el tipo de falla transgranular se reduce, al haber menos carburos segregados.

Para los tratamientos térmicos se recomienda, como trabajo futuro de tesis de maestría, identificar qué temperaturas de temple, revenido y globulizado favorecen la microestructura, dureza y resistencia al desgaste del acero para herramientas tipo M obtenido por vía pulvimetalúrgica. Así mismo, se puede realizar un diseño de experimentos en el que se evalúe si el enfriamiento en el horno es mejor que el enfriamiento a temperatura ambiente cuando se está realizando el recocido de globulización. Y, finalmente, realizar ensayos de flexión transversal con el fin de comparar si el tipo de falla cambia al no contar ahora con un gran porcentaje carburos segregados en el límite de grano.

Bibliografía

- [1 S. J. Park, J. M. Martin, J. F. Guo, J. L. Johnson y R. M. German, «Grain growth behavior of tungsten heavy alloys based on the master sintering curve concept,» *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 37, p. 3337, 2006.
- [2 «ENCYCLOPEDIA BRITANNICA,» 22 Febrero 2019. [En línea]. Available:
] <https://www.britannica.com/biography/Robert-Forester-Mushet>.
- [3 J. Black y R. A. Kohser, MATERIALS & PROCESSES IN MANUFACTURING, United
] States of America: John Wiley & Sons, Inc, 2008.
- [4 J. Ruiz-Román, N. Candela y F. Velasco, «Moldeo por inyección del acero rápido M2,» *Revista de metalurgia*, pp. 369-374, 1996.
- [5 G. Randall M., «DENSIFICATION OF PREALLOYED TOOL STEEL POWDERS: SINTERING MODEL,» *The International Journal of Powder Metallurgy*, pp. 49-61, 1997.
- [6 M. A. Kearns, K. Murray, P. A. Davies, V. Ryabinin y E. Gonzalez, «Sintering and properties of MIM M2 high speed steel produced by prealloy and master alloy routes,» *ELSEVIER*, vol. 71, 2016.
- [7 G. Randal M., «COMPUTER MODEL FOR THE SISINTERING DENSIFICACIÓN OF INJECTION MOLDED M2 TOOL STEEL,» *The international journal of powder metallurgy*, pp. 57-67, 1999.
- [8 G. Randall M., Sintering from Empirical Observations to Scientific Principles,
] Butterworth-Heinemann, 2014.
- [9 D. C. Montgomery, « Introduction to Factorial Design,» de *Design and Analisis of Experiments*, JHON WILEY & SONS, INC, 1997, pp. 183-230.

- [1 ASM Handbook Committee, ASM Handbook, Volume 9, Metallography and
0] Microstructures, United of America: Metals Handbook, 1998.
- [1 ASTM INTERNATIONAL, «Standard Test Method for Transverse Rupture Strength of
1] Powder Metallurgy (PM) Specimens. Designation B528-16,» 2018.
- [1 ASTM INTERNATIONAL, «Standard Test Method for Microindentation Hardness of
2] Materials Designation E384 - 17,» 2019.
- [1 ASTM INTERNATIONAL, «Standard Guide for Characterizing Properties of Metal
3] Powders Used for Additive Manufacturing Processes. Designation F3049-14,» 2018.
- [1 ASTM International, Standard Test Method for Measuring Abrasion Using the Dry
4] Sand/Rubber Wheel Apparatus. Designation: G65 - 16, ASTM International, 2016.
- [1 ASTM International, «ASTM B962 - 17 Standard Test Methods for Density of
5] Compacted or Sintered Powder Metallurgy (PM) Products Using Archimedes' Principle,» United States, 2019.
- [1 J. D. Rubiano Buitrago, Influencia de la adición de carburos de TiC y Ce₃C₂ a la
6] aleación WC-Co para aplicaciones antidesgaste, Bogotá, 2018.
- [1 S. Kalpakjian y S. R. Schmid, Manufactura Ingeniería y tecnología, Pearson
7] Educación, 2001.
- [1 W. Callister, Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales, Bogotá:
8] REVERTE S.A..
- [1 J. M. Montes Torres, F. d. P. Gómez Cuevas y J. Cintas Físico, Ciencia e ingeniería
9] de los materiales, Ediciones Paraninfo, S.A., 2014.
- [2 S. EROGLU, «Sintering and Mechanical Properties of AISI M2 High-Speed Steel
0] Powder Molded at Low Pressures,» *Manufacturing Processes*, pp. 1025-1029, 2010.
- [2 J. F. Y. W. L. L. C. M. C. Z. C. Q.J. Hu, «Powder Metallurgy of M2 High-speed Steel
1] for Rapid Tooling Applications,» 2002.
- [2 M. J. Anglada Gomila, Fractura de materiales, Catalunya: Universidad Politécnica de
2] Catalunya, 2002.

- [2 A. Wentzcovitch, F. Ambrozio Filho, L. C. Elias da Silva y M. D. Martins das Neves,
3] «Sintering of AISI M2 High Speed Steel with the Addition of NbC,» *Materials Science Forum*, Vols. %1 de %2727-728, pp. 90-95, 2012.
- [2 ASTM International, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size.
4] Designation E112-13, United States, 2013.
- [2 A. Várez, B. Levenfeld, J. Torralba, G. Matula y L. Dobrzanski, «Sintering in different
5] atmospheres of T15 and M2 high speed steels produced by a modified metal injection moulding process,» *MATERIALS SCIENCE & ENGINEERING A*, pp. 318-324, 2004.
- [2 A. Chaus, M. Bracik, M. Sahul y M. Dománková, «Microstructure and properties of
6] M2 high-speed steel cast by the gravity and vacuum investment casting,» *VACUUM*, pp. 183-198, 2019.
- [2 R. V. Postiglioni, A. E. Alamino y S. Vurobi Jr, «Refining the microstructure of an AISI
7] M2 tool steel by High-Energy Milling,» de *Seventh International Latin American Conference on Powder*, Atibaia, SP, 2010.
- [2 G. Gu, R. Pesci, E. Becker, L. Langlois, R. Bigot y M. Scheel, «Quantification and
8] localization of the liquid zone of partially remelted M2 tool steel using X-ray microtomography and scanning electron microscopy,» *Acta MATERIALIA*, vol. 60, pp. 948-957, 2012.
- [2 G. Randall M., Handbook of Mathematical Relations in Particulate Materials Processing,
9] United States of America: Jhon Wiley & Sons, 2008.
- [3 J. Dormand y P. Prince, «A family of embedded Runge Kutta formulae,» *Journal of*
0] *Computational and Applied Mathematics*, vol. 6, nº 1, 1980.
- [3 G. W. Greenwood, «The growth of dispersed precipitates in solutions,» *Acta*
1] *Metallurgica*, vol. 4, pp. 243-48, 1956.
- [3 L. M. Lifshitz y V. V. Slyozov, «The kinetics of precipitation from supersaturated solid
2] solutions,» *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, Vols. %1 de %219 (1-2), pp. 35-50, 1961.
- [3 I. I. o. T. KANPUR, «Course Hero,» 2016. [En línea]. Available:
3] <https://www.coursehero.com/file/13866767/differentiation-and-integration/>. [Último acceso: 12 12 2019].

- [3 C. Steven C. y C. Raymond P., Métodos numéricos para ingenieros, México, D.F.:
4] McGraw Hill, 2006.
- [3 M. Pereira Gomes, I. Pasos dos Santos, C. Pucci Couto, E. Giuseppe Betini, L. A.
5] Mendes dos Reis, C. Stefano Mucsi, M. A. Colosio y J. L. Rossi, «Heat Treatment of Sintered Valve Seat Inserts,» *Materials Research*, vol. 21, nº 5, 2018.
- [3 UDDEHOLM, «uddeholm,» [En línea]. Available:
6] https://www.uddeholm.com/files/PB_Uddeholm_vanadis_23_english.pdf. [Último acceso: 07 Julio 2018].
- [3 A. Valencia, TECNOLOGÍA DEL TRATAMIENTO TÉRMICO DE LOS MATERIALES,
7] Medellín: Editorial Universidad de Antioquia, 1992.
- [3 S. G. Bankar, «Scholarsmine,» 1970. [En línea]. Available:
8] http://scholarsmine.mst.edu/masters_theses/5385. [Último acceso: Julio 2019].
- [3 G. E. Totten, Steel Heat Treatment Handbook, Portland, Oregon: Taylor & Francis,
9] 2006.
- [4 N. L. K. K. S. T. Z.Y. Liu, «Sintering of injection molded M2 high-speed steel,»
0] *MATERIALS LETTERS*, nº 45, pp. 32-38, 2000.
- [4 A. Ochoche y B. Gbolahan, «On Error Estimation in Runge-Kutta Methods,» *Leonardo*
1] *Journal of Sciences*, pp. 1-10, 2011.
- [4 A. Ochoche y B. Gbolahan, «On Error Estimation in Runge-Kutta Methods,» *Leonardo*
2] *Journal of Sciences*, vol. 18, pp. 1-10, 2011.
- [4 P. Lu y R. German, «Multiple grain growth events in liquid phase sintering,»
3] *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE*, vol. 36, pp. 3385-3394, 2001.
- [4 P. W. Voorhees, «OSTWALD RIPENING OF TWO-PHASE MIXTURES,» *ANNUAL*
4] *REVIEWS MAT. SCI.*, vol. 22, pp. 197-215, 1992.
- [4 SANDVICK, «ResearchGate,» [En línea]. Available:
5] <https://www.researchgate.net/file.PostFileLoader.html?id=564b06535f7f71d00e8b4583&assetKey=AS%3A296730177359874%401447757395926..> [Último acceso: 16 Marzo 2017].

- [4 S. H. Chung, Y.-S. Kwon, S. J. Park y R. German, «Modeling and Simulation of Press
6] and Sinter Powder Metallurgy,» de *ASM Handbook, Volume 22B, Metals Process
Simulation*, D. U. Furrer and S.L. Semiatin, 2010.
- [4 R. M. German, P. Suri y S. J. Park, «Review: liquid phase sintering,» *J Mater Sci*, vol.
7] 44, pp. 1-39, 2009.
- [4 W. Kingery, «Densification during sintering in the presence of a liquid phase i theory,»
8] *Journal of Applied Physics*, vol. 30, p. 301, 1959.